МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
ISO 6498—
2014**

КОРМА, КОМБИКОРМА

Подготовка проб для испытаний

(ISO 6498:2012, Animal feeding stuffs — Guidelines for sample preparation, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2020

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт комбикормовой промышленности» (ОАО «ВНИИКП») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 4 «Комбикорма, белково-витаминные добавки, премиксы»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 29 августа 2014 г. № 69-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 7 ноября 2014 г. № 1491-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 6498—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 6498:2012 «Корма для животных. Руководящие указания по приготовлению проб для испытания» (Animal feeding stuffs — Guidelines for sample preparation, IDT).

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 10 «Корма для животных» Технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Апрель 2020 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© ISO, 2012 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2015, 2020

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Термины и определения 1
2.1 Определения, связанные с термином «проба» 1
2.2 Определения, связанные с термином «параметр» 2
2.3 Примеры характеристик кормов для животных 3
2.4 Определения, связанные с «процедурой подготовки проб» 4
3 Сущность подготовки проб 6
4 Рассмотрение ошибок подготовки проб 6
4.1 Ошибки при выделении анализируемой пробы 6
4.2 Минимальная масса 7
4.3 Ошибки, связанные с методами деления 8
5 Требования безопасности 9
6 Оборудование 9
7 Подготовка проб 10
7.1 Общие рекомендации 10
7.2 Проверка пробы 11
7.3 Сокращение массы 13
7.4 Уменьшение размера частиц (измельчение) 14
7.5 Предварительная сушка 18
7.6 Грубое измельчение 19
7.7 Специальные процедуры подготовки проб 19
7.8 Хранение 19
8 Проверка подготовки проб (контроль качества) 20
8.1 Общие рекомендации 20
8.2 Выполнение сокращения массы (деление) 20
8.3 Выполнение уменьшения размера частиц (измельчение) 21
8.4 Выполнение смешивания 22
9 Категории кормов. Особые замечания и схемы 23
9.1 Общие рекомендации 23
9.2 Корм для птиц 24
9.3 Хлопок-сырец 24
9.4 Минеральная смесь 25
9.5 Сухие корма 27
9.6 Корма, включая силос, сено, сенаж, полнорационную смесь и побочные продукты 28
9.7 Семена масличных культур и корма с высоким содержанием жира 30
9.8 Корма и кормовая меласса в блоках 32
9.9 Жидкие корма 33
9.10 Консервированные корма для непродуктивных (домашних) животных 33

9.11 Полувлажные корма для непродуктивных (домашних) животных и жевательные корма для собак 34
9.12 Премиксы 35
9.13 Сено в брикетах и в виде гранул 36
9.14 Текстурированные, липкие корма 37
9.15 Корма для животных, обитающих в водной среде 38
Приложение А (справочное) Расчеты, примеры и таблицы для выбора минимальной массы анализируемой пробы 40
Библиография 44

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОРМА, КОМБИКОРМА

Подготовка проб для испытаний

Feeds, compound feeds. Preparation of samples for testing

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на корма, в том числе на корма для непродуктивных животных, комбикорма и устанавливает руководящие указания по подготовке анализируемых проб из лабораторных проб.

Примечание — Требования настоящего стандарта основываются на руководящих положениях [7].

Допускается для отдельных методов испытаний применять другие требования к подготовке проб, определенные нормативно-правовыми документами.

Примечания

1 Такие специфические методы испытаний утверждаются международными и национальными органами по стандартизации.

2 Настоящий стандарт не включает требования к подготовке проб для микробиологического анализа кормов, по таким показателям как дрожжи, бактерии и плесень. Тем не менее, в настоящем стандарте указаны некоторые важные аспекты подготовки проб для микроорганизмов, которые используются в качестве кормовых добавок (пробиотиков).

2 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями.

2.1 Определения, связанные с термином «проба»

2.1.1 **партия** (lot): Определенное количество материала, полученное в результате одного и того же производственного процесса и представленное с соблюдением правил отбора проб.

Примечание — Для целей настоящего стандарта используются правила [3].

2.1.2 **лабораторная проба** (laboratory sample): Проба, подготовленная (от партии) для отправки в лабораторию и предназначенная для осмотра или исследований.

2.1.3 **анализируемая проба** (test sample): Подвыборка или проба, взятая из лабораторной пробы, из которой далее могут взять навески для исследований.

2.1.4 **навеска** (test portion): Количество корма, взятого из анализируемой пробы (или из лабораторной пробы, если это одно и то же).

2.1.5 **контрольная проба** (reserve sample): Материал, оставшийся от лабораторной пробы после деления или отбора анализируемой пробы и который в дальнейшем не измельчается.

Примечание — Если, например, анализы микотоксинов или генетически модифицированных организмов проводятся на всей лабораторной пробе, то затем контрольную пробу также размалывают до частиц соответствующих размеров. Контрольная проба должна храниться в условиях, обеспечивающих ее неизменность.

Издание официальное

2.2 Определения, связанные с термином «параметр»

2.2.1 **параметр** (parameter): Анализируемое вещество или элемент, или микроорганизм, по которым корм должен быть проанализирован микроскопическим, микробиологическим, биологическим или химическим методами.

2.2.1.1 **стабильный параметр** (stable parameter): Анализируемое вещество или элемент, или микроорганизм, которые не разрушаются при подготовке пробы, а также во время транспортирования или хранения при комнатной температуре от 20 °С до 25 °С.

2.2.1.2 **нестабильный параметр** (unstable parameter): Анализируемое вещество или элемент, или микроорганизм, которые разрушаются при подготовке пробы или во время транспортирования, или хранения при комнатной температуре от 20 °С до 25 °С, потому что они являются летучими, разлагаемыми или чувствительными к температуре, свету, ферментативному расщеплению или химическому окислению.

Примечание — Стабильность параметров в этом контексте относится только к влиянию подготовки пробы, такой как интенсивный размол, а не к минимальному сроку годности, указанному производителями на этикетке, например, для кормов (добавок).

Таблица 1 — Общая классификация стабильных или нестабильных параметров и причины их ухудшения от вида подготовки проб

Источник	Стабильные параметры	Нестабильные параметры	Причина(ы) ухудшения/изменения
Питательные вещества	(Сырые) протеин, жир, зола, клетчатка	Влажность	Температура (летучесть)
	Крахмал, сахар, лактоза	Аммиак	Температура (летучесть)
	Выделенный газ и ферменты, растворенные в органическом веществе, при исследовании in vitro	Органические кислоты (например, молочная кислота, азотная кислота, масляная кислота, фумаровая кислота, муравьиная кислота)	Температура (летучесть)
	Минералы (например, Ca, P, Mg, Na, K, Cl)	Ненасыщенные жирные кислоты	Окисление кислородом воздуха (может привести к производству короткоцепочечных жирных кислот)
Кормовые добавки	Микроэлементы (например, Cu, Zn, Mn, Fe, Se, Co)	Витамины (например, витамины A, C, D, E)	Температура, ультрафиолетовый (УФ) свет, окисление кислородом воздуха (чувствительность)
	Аминокислоты (например, лизин, метионин, триптофан)	1,2-пропандиол, этиленгликоль	Температура (летучесть)
	Ферменты (например, фитаза, не крахмальный полисахаридный фермент)	Микроорганизмы, такие как пробиотики (например, сахаромицет cerevisiae, энтерококк faecium)	Температура (замораживание), давление (чувствительность к измельчению); влажность/сухость (влияние на рост микроорганизмов)
Нежелательные вещества	Тяжелые металлы (например, As, Pb, Cd, Hg)	Микотоксины (например, афлатоксин B_1, дезоксиниваленол, фумонизин, охратоксин A, T-2 токсин, HT-2 токсин, зеараленон, алкалоиды спорыньи)	Рост плесени и изменения микотоксинов возможны при комнатной температуре; ультрафиолетовом свете (чувствительные — афлатоксин B_1)
	Диоксины и полихлорированные бифенилы (ПХБ) с эффектами, похожими на диоксины	Препараты, антибиотики, пестициды	Температура (чувствительность)
	—	Синильная кислота	Температура (летучесть)

Окончание таблицы 1

Источник	Стабильные параметры	Нестабильные параметры	Причина(ы) ухудшения/изменения
Запрещенные вещества	Белки животного происхождения	Запрещенные препараты, запрещенные антибиотики	Температура (чувствительность)
(Другие) Микроорганизмы	—	Дрожжи, бактерии, грибки	Температура (чувствительность) сухость, приток кислорода (анаэробиоз)

2.3 Примеры характеристик кормов для животных

Примеры характеристик кормов для животных приведены для оказания помощи в идентификации и классификации лабораторной пробы в соответствии с терминами и приложениями, используемыми в настоящем стандарте.

Примечание — Определения кормов для животных приведены в национальных законодательствах стран.

2.3.1 **корм для птиц** (birdseed): Семена, предназначенные для кормления птиц.

Пример — Зерно и семена масличных культур.

2.3.2 **хлопок-сырец** (whole cottonseed): Необработанная коробочка хлопчатника, в том числе шелуха, пух и ядро.

2.3.3 **минеральная смесь** (mineral mix): Дополнительный корм, который в основном состоит из минеральных компонентов в гранулах шарообразной или другой формы, мелких гранул, который является сыпучим, как все смеси.

Примечание — Минеральные гранулы формируются из минеральных смесей механическим способом (в основном).

2.3.4 **сухие корма** (dry feeds): Комбикормовое сырье и готовые корма для животных, которые обычно содержат массовую долю влаги не более 14 %.

Примечание — Сухие кормовые гранулы формируются из сухих кормов механическим способом (в основном).

2.3.5 **зеленый корм** (green fodder): Съедобные части растений, кроме зерна, которые могут скармливаться животным в свежем виде, в том числе молодые побеги, травы.

Примечание — Как правило, этот термин относится к более усваиваемым растительным материалам в отличие от менее усваиваемых материалов, известных как грубые корма.

2.3.6 **силос** (silage): Корм из свежескошенной или подвяленной зеленой массы, законсервированный в анаэробных условиях органическими кислотами, образующимися в результате преимущественно молочнокислого сбраживания: или законсервированный добавлением химических консервантов.

2.3.7 **грубые корма** (roughage): Волокнистые, грубо текстурированные части растений.

Пример — Грубые части растений, солома, шелуха, початки и стебли.

2.3.8 **сено** (hay): Надземная часть травы, специально скошенная, высушенная и используемая для кормления животных.

2.3.9 **сенаж** (haylage): Корм, сохраненный в сочном состоянии органическими кислотами, образующимися в результате анаэробной ферментации сахаров в корме с массовой долей влаги около 45 %.

2.3.10 **полнорационная смесь** (total mixed ration, TMR): Однородная смесь всех кормовых компонентов (кормов, зерна и добавок), которая скармливается животным в течение 24-часового периода.

Примечание — На практике, в течение 24 ч смеси могут скармливаться в одно или несколько кормлений.

2.3.11 **побочный продукт** (byproduct): Продукт, который остается после производства продукции из растительного сырья.

Пример — Высушенная зерновая барда (DDGS) в процессе брожения.

2.3.12 **семена масличных культур** (oilseed): Семена, из которых извлекают масло.

Пример — Семена подсолнечника.

2.3.13 **корм в больших блоках, кормовая меласса в блоках** (large block feed, molasses block feed): Корм, спрессованный в твердую массу, которая является достаточно плотной, чтобы сохранять свою форму.

Примечание — Большой блок корма весит, как правило, от 1 кг до 20 кг. Он может быть в виде минерального блока или «карамелизированного» куска мелассы и содержать различные минералы и питательные вещества. Пробы могут быть приняты в лаборатории в виде больших кусков, шаров или «липких сгустков».

2.3.14 **жидкий корм** (liquid feed): кормовой продукт, не являющийся твердым или газообразным.

Примечание — Жидкий корм содержит достаточное количество влаги, чтобы легко течь, и может содержать мелассу 2.3.13.

2.3.15 **консервированные корма для непродуктивных (домашних) животных** (canned pet food): Кормовые продукты для домашних животных, которые были обработаны, расфасованы, герметично закрыты и стерилизованы для хранения в банках или аналогичных емкостях.

2.3.16 **полувлажные корма** (semi-moist feed): Кормовые продукты на мясной основе для домашних или животных, обитающих в водной среде, которые были частично высушены для предотвращения порчи в результате микробного загрязнения.

Примечание — Массовая доля влаги может находиться в диапазоне от 14 % до 40 %.

2.3.17 **жевательные корма для собак, кости из сыромятной кожи** (dog chew, rawhide bone): Мясо и кожа или полоски кожицы, которые были почти полностью высушены до консистенции кожи.

2.3.18 **премикс** (premixture): Комбикормовая добавка, представляющая собой однородную смесь микрокомпонентов комбикормовой продукции и наполнителя, предназначенная для обогащения комбикормов и белково (амидо)-витаминно-минеральных добавок.

Примечание — Премиксы используются для облегчения равномерного распределения ингредиентов (например, витаминов, пробиотиков, препаратов или антибиотиков) в готовом корме.

2.3.19 **сено в брикетах и в виде гранул** (range and alfalfa hay pellet): Агломерированные корма, сформированные путем прессования и выдавливания смеси, например через квадратные отверстия, механическим способом.

Примечание — Гранулы, в основном, около 2 см в диаметре и 5 см в длину (объемом около 16 $см^3$), могут содержать мелассу; данное определение также относится к сену в кубах (нарезанное сено) больших размеров.

2.3.20 **текстурированные, липкие корма** (texturized feed, sticky feed): Смесь различных зерновых и гранулированных кормов, которые были подвергнуты поверхностной обработке, например, мелассой.

Примечание — Некоторые зерна могли быть нагреты паром или предварительно расплющены перед введением в текстурированные корма.

2.3.21 **корма для животных, обитающих в водной среде** (aquatic feed): Корма, которые скармливают животным, обитающим в водной среде, и которые были механически обработаны в инкапсулированные гранулы, хлопья, крошку, капсулированный порошок.

2.4 Определения, связанные с «процедурой подготовки проб»

2.4.1 **однородность** (homogeneity): Состояние, при котором свойства или элементы равномерно распределены по всему корму.

Примечание — Однородность может считаться достигнутой в практическом смысле, когда ошибка выборки обработанного участка пренебрежимо мала по сравнению с общей погрешностью измерения системы. Однородность зависит от размера единиц рассматриваемой смеси двух кормов и может быть неоднородной на молекулярном или атомном уровне, но достаточно однородной на практическом уровне. Тем не менее, равномерный внешний вид не обеспечивает композиционной однородности.

2.4.2 **предварительная сушка** (partial drying): Часть процедуры пробоподготовки кормов с высоким содержанием влаги (массовая доля сухих веществ менее 86 %), в которой пробу тщательно сушат, чтобы можно было применить последующие процедуры подготовки пробы, например, уменьшение размера частиц путем измельчения на мельнице.

Примечания

1 Процедура предварительной сушки зависит от вида кормов (например, при температуре ниже 55 °С — 60 °С для силоса) и от термостабильности параметров (например, 70 °С ± 10 °С для лекарств и антибиотиков).

2 Образцы для микробиологического анализа не должны сушиться (при температуре выше 40 °С).

3 Предварительная сушка может быть также достигнута путем сушки вымораживанием, которая заключается в тщательном процессе сушки с использованием вакуума, чтобы испарилась влага.

2.4.3 **грубое измельчение** (coarse grinding): Первая стадия измельчения всей пробы перед сокращением массы, если лабораторная проба содержит большие куски или когда размер ее частиц превышает 6 мм.

Примечание — Грубый помол является особым видом уменьшения размера частиц, что обеспечивает однородность лабораторной пробы для получения анализируемой пробы.

2.4.4 **сокращение массы** (mass reduction): Часть процедуры подготовки пробы для уменьшения массы лабораторной пробы и получения анализируемой пробы путем деления с помощью делителей (стационарных или роторных) или ручным (альтернативным) делением, без изменения однородности образца.

Примечание — После сокращения массы все анализируемые пробы должны иметь те же свойства, что и исходная лабораторная проба.

2.4.5 **уменьшение размеров частиц** (измельчение) (particle size reduction): Часть процедуры подготовки пробы, которая достигается путем дробления, резки, гомогенизации, размачивания, давления, трения до получения однородной пробы для дальнейшего исследования.

Примечание — В основном, уменьшение размеров частиц является следующим шагом после сокращения массы в процедуре подготовки пробы с подбором размеров сит для обеспечения неизменности анализируемой пробы.

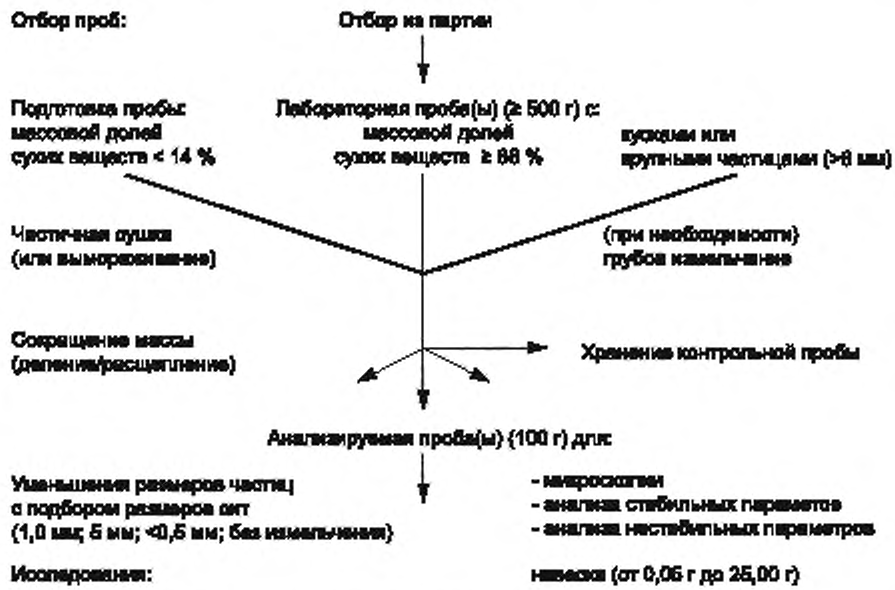


Рисунок 1 — Иллюстрация определений, связанных с терминами «проба», «параметр» и «процедура подготовки проб»

3 Сущность подготовки проб

Все этапы подготовки проб зависят от свойств корма и показателей, которые должны быть проанализированы. В каждом случае требуется рассмотрение каких-либо специальных указаний в отношении подготовки пробы с учетом методов анализа.

Настоящий стандарт описывает процедуру подготовки лабораторной пробы (с минимальной массой 500 г) до однородной анализируемой пробы (с минимальной массой 100 г) с теми же свойствами и составом, свободной от загрязнений.

В некоторых случаях масса лабораторной пробы может быть меньше 500 г (например, для кормовых добавок), но необходимо соблюдать установленные правила и, в любом случае, масса анализируемой пробы должна быть достаточно большой, чтобы проба была представительной.

Вся лабораторная проба подвергается сокращению массы и измельчению для получения одной или нескольких анализируемых проб для исследования стабильных и нестабильных параметров, для микроскопических исследований и для хранения. Если протокол исследований и предполагаемое хранение пробы позволяет, то лабораторную пробу желательно сначала полностью измельчить до размера частиц грубого помола перед последующим измельчением, чтобы обеспечить однородность пробы.

Полученные результаты анализа навески (от 0,05 г до 25,00 г и более), взятой для взвешивания из подготовленной анализируемой пробы корма, должны распространяться на лабораторную пробу и, в конечном итоге, в целом на партию, из которой она была взята.

Все этапы подготовки проб выполняют быстро, в условиях, исключающих разрушение нестабильных параметров, загрязнение и окисление под действием чрезмерных температур, дневного света, воздуха или остатков от используемого вещества или от пробы, подготовленной ранее или одновременно. В частности, должно быть предотвращено загрязнение от пробы к пробе.

При подготовке пробы следует избегать потери или изменения массовой доли (содержания) влаги. В любом случае необходимо учитывать, что окончательные результаты испытаний требуют поправки (на натуральное содержание влаги, массовую долю сухих веществ 88 % или 100 %).

Для кормов с высоким содержанием влаги (с массовой долей сухого вещества менее 86 %) перед сокращением массы необходимы частичная сушка или сушка вымораживанием.

Для кормов с кусками или с размером частиц более 6 мм до сокращения массы или деления необходимо провести грубое измельчение всей лабораторной пробы до размера частиц менее 6 мм.

На каждом этапе пробоподготовки для сохранения свойств исследуемого материала пробы должны храниться в соответствующих условиях (например, при комнатной температуре, охлажденные, замороженные, в герметичном контейнере, защищенном от света, или в темноте).

Для микробиологических анализов все этапы пробоподготовки должны проводиться в асептических условиях. Лабораторные пробы не должны ни замораживаться, ни подогреваться выше температуры 40 °С, ни находиться в вакууме или в пространстве с содержанием кислорода выше, чем в атмосферном воздухе.

4 Рассмотрение ошибок подготовки проб

Изучение процедуры подготовки проб показало, что основные источники крупнейших лабораторных ошибок обычно упускаются из виду. Эти ошибки подготовки проб могут оказаться значительно больше, чем ошибки, полученные в результате последующих аналитических процедур.

4.1 Ошибки при выделении анализируемой пробы

4.1.1 Общие ошибки

Ошибки, полученные из-за неоднородности пробы и увеличивающие общую погрешность деления (TSE), возникают по двум причинам [12].

4.1.2 Структурная неоднородность

Первой причиной является структурная неоднородность, когда частицы лабораторной пробы не одинаковы (форма, размер, плотность и т. д.). Если существует большое различие между отдельными фрагментами, то структурная неоднородность велика, но если фрагменты являются более однородными, то структурная неоднородность ниже. Ошибка, вызванная структурной неоднородностью, не может быть равна нулю, так как это будет означать, что все фрагменты строго идентичны. Перемешивание и смешивание не меняет структурную неоднородность. Одним из способов изменения структурной не-

однородности любого материала является измельчение (дробление или резка) или другие методы, которые изменяют физические свойства пробы. Уменьшение среднего размера частиц является доминирующим фактором в снижении структурной неоднородности.

Поэтому перед делением, для сокращения структурной неоднородности, необходимо проводить предварительное грубое измельчение всей лабораторной пробы.

Эту основную ошибку деления (FSE) можно контролировать путем выделения представительной анализируемой пробы (см. 4.2). То есть необходимо отобрать анализируемую пробу достаточной массы, чтобы гарантировать попадание всех различных частиц в анализируемую пробу при делении. Чем крупнее частицы материала, тем больше должна быть масса анализируемой пробы, которая сведет ошибку к минимуму.

4.1.3 Неоднородность распределения

Второй причиной является неоднородность распределения, возникающая в результате действия гравитационных сил на частицы различной плотности, размеров и формы, что приводит к их группировке и сортировке. Пробы с большими различиями в размере или плотности частиц, как правило, разделяются или сильно расслаиваются, частицы с меньшим размером или плотные частицы располагаются в нижней части пробы. Для наглядности представьте себе лабораторную пробу, состоящую из черных и белых шаров, существенно различающихся по размеру. Если все черные шары находятся в нижней части пробы, а белые — в основном вверху, то система показывает очень высокую неоднородность распределения. Если шары были бы хорошо смешаны (гомогенизированы), то неоднородность распределения системы была бы значительно меньше.

Чтобы уменьшить ошибку группировки и сортировки (GSE), лабораторную пробу тщательно перемешивают, а затем делят на анализируемые пробы. Для многих кормов смешивания бывает недостаточно, так как оно может фактически увеличить расслоение вместо уменьшения ошибки распределения. Пока сила тяжести существует, будет существовать и расслоение. Многие корма имеют природную склонность к расслоению, например, сразу после смешивания суспензий и фракционированного корма высокой плотности. Такие корма требуют постоянного контроля и коррекции, и после того, как установлено это свойство, ошибки распределения можно избежать.

Составление анализируемой пробы путем сбора многих случайных порций из лабораторной пробы всегда уменьшает ошибку неоднородности распределения, требует меньше времени и оборудования. Рекомендуется составлять анализируемую пробу из тридцати порций. Для очень неоднородных кормов требуется большее количество порций, и, если известно, что корм мало расслаивается, то порций может быть меньше, но ни в коем случае не менее десяти.

4.1.4 Другие ошибки

Другие ошибки, возникающие при подготовке проб, включают потерю или приобретение анализируемого вещества и связаны с процессами обработки, такими как измельчение, нагревание, потеря мелких фракций, загрязнение и электростатическое разделение. Эти ошибки могут быть большими и обычно являются результатом небрежности или отсутствия знаний.

4.2 Минимальная масса

Представительные анализируемые пробы должны быть получены с учетом основных ошибок (FSE), максимального размера частиц и иметь достаточную массу (см. таблицу 2).

Требуемая масса зависит от приемлемой ошибки деления или расслоения, от плотности, неоднородности, содержания анализируемого вещества в корме и от максимального размера частиц (см. приложение А).

Таблица 2 — Минимальная масса: ожидаемый коэффициент вариации (CV) лабораторных делений; принятая плотность 1 г/см^3

Максимальный размер частиц, мм	FSE (ожидаемый CV), %				
	15	10	5	2	1
	Минимальная масса, г				
0,5	0,06	0,13	0,5	3	12,5
0,75	0,2	0,4	2	10,5	42

Окончание таблицы 2

Максимальный размер частиц, мм	FSE (ожидаемый CV), %				
	15	10	5	2	1
	Минимальная масса, г				
1	0,4	1	4	25	100
2	4	8	32	200	400
5	56	125	500	3130	12500

Примечание — Для кормов с плотностью, не равной 1 г/см^3, значения могут быть умножены на плотность, например, для корма с максимальным размером частиц 2 мм, ожидаемым CV деления 5 % и плотностью 0,5 г/см^3 потребуется минимальная масса анализируемой пробы 16 г.

4.3 Ошибки, связанные с методами деления

В таблице 3 на модели смеси частиц песка показаны ошибки, связанные с различными методами деления. На рисунке 2 показана репрезентативность сокращения массы (сумма ошибок деления, связанных с точностью и аккуратностью) с применением 17 различных устройств на модели смеси, содержащей 89,9 % пшеницы, 10,0 % рапса и 0,1 % стекла [11], [12]. Основным различием в методах сокращения массы является выбор количества порций. Для достоверности метода, которую трудно или невозможно получить ручными методами деления, следует правильно выбрать устройство сокращения массы (например, с равной вероятностью для отбора всех частиц, без потерь частиц, оседающих под действием силы тяжести, или с параллельными сокращениями). Методы сокращения массы, основанные на ручном делении проб, имеют серьезные недостатки, связанные с точностью и вероятностью попадания мелких компонентов, которые могут быть частично потеряны при делении [11], [12]. Из таблицы 3 и рисунка 2 можно сделать вывод, что большее количество порций приводит к улучшению деления лабораторных проб за счет уменьшения ошибки. Например, роторный делитель производит нескольких сотен делений, стационарные желобковые делители — от 10 до 34 делений, конусные делители и квартование — только два. Поэтому конусные делители и квартование не рекомендуются для применения в лабораторных условиях, т. к. такой метод деления может внести большую долю в общую погрешность анализа. Конечным шагом деления лабораторной пробы является получение навески, при этом отношение массы лабораторной пробы и массы навески должно составлять от 100 до 10 000. Для получения навески рекомендуется избегать сокращения массы пробы ручным делением, за исключением случаев, когда ошибка деления проб незначительна по сравнению с общей аналитической ошибкой.

Таблица 3 — Результаты испытаний разделения смеси, содержащей 60 % крупнозернистого песка и 40 % мелкого песка, P = 0,6 [1].

Метод[a]	Количество делений	Стандартное отклонение деления, %, SR	Дисперсия, %, SR_2	Расчетный максимум ошибки деления, %
Конусные делители и квартование	2	6,81	46,4	22,7
Стационарные желобковые делители	от 10 до 12	1,01	1,02	3,4
Роторные делители	более 100	0,125	0,016	0,42
Случайный вариант	—	0,076	0,00058	0,25

[a] Имеются стационарные делители с большим числом делений и меньшей ошибкой деления [11].

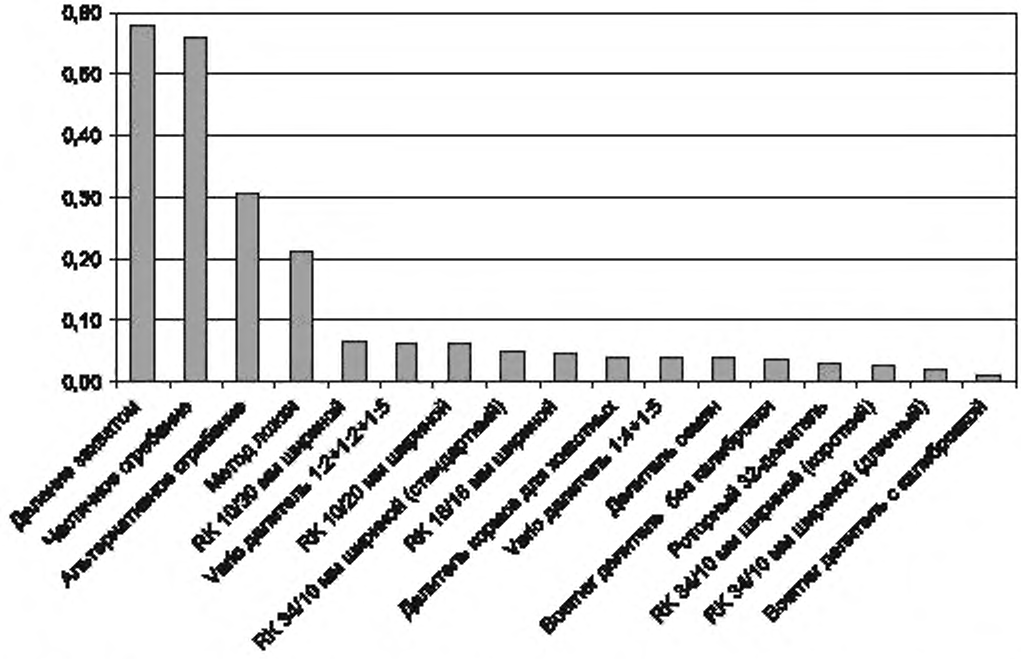


Рисунок 2 — Результат репрезентативности, r^2, равный площади смещения плюс квадрат точности, для модели смеси пшеницы, рапса и стекла

Примечание — Репрезентативность должна быть как можно более низкой. Более высокие суммы означают снижение надежности. RK n указывает скорость делителя с n желобами [11].

5 Требования безопасности

Мельницы для измельчения, резки и истирания имеют острые лопасти. Не кладите руки или пальцы в камеры мельниц для введения пробы. Не открывайте мельницу, пока она полностью не остановилась. Убедитесь, что защитные блокировки на всем оборудовании работают правильно.

Используйте соответствующие средства индивидуальной защиты в соответствии с требованиями в лаборатории. На этапе подготовки проб для анализа безопасность имеет большое значение.

Используйте систему вентиляции во время процедур с пылеобразованием. Для чистки области кожуха, мельницы и рабочей зоны от пыли используйте пылесос.

Убедитесь, что все электрооборудование заземлено и может эксплуатироваться. Не кладите металлические предметы или алюминиевую фольгу в микроволновую печь при ее использовании для сушки образцов.

6 Оборудование

Все используемое оборудование должно предотвращать загрязнение и окисление пробы во время подготовки.

Используют обычное лабораторное оборудование и, в частности, следующее.

6.1 Оборудование для подготовки проб

6.1.1 Щетки для очистки дробилок и т. д.

6.1.2 Компрессор со сжатым воздухом для очистки.

6.1.3 Пылесос.

6.1.4 Устройства для обеззараживания мельниц, оборудование для дезинфекции и газопламенной обработки для микробиологических анализов.

6.2 Системы сушки

6.2.1 Система лиофильной сушки, сушильный шкаф с вентиляцией, который может поддерживать температуру на уровне (55 ± 5) °С, или микроволновая печь бытового типа, или вакуумная печь.

6.2.2 Чаша влагостойкая (лоток), изготовленная из пластмассы, алюминия или стекла, например, с диаметром не менее 50 мм и глубиной не более 40 мм.

6.3 Оборудование для сокращения массы и измельчения влажных кормов (например, фуража, силоса)

6.3.1 Ножницы садовые для резки кормов, ножницы для небольших объемов проб или лабораторный измельчитель кормов для больших объемов и керамический нож, рекомендуемый при определении микроэлементов.

6.3.2 Мельница режущая с размером отверстий сит 6 мм и 1 мм.

6.3.3 Мясорубка с размером отверстий решетки 1 мм.

6.3.4 Делитель желобковый с минимальной шириной желоба не менее (2d + 5) мм, где d — диаметр наибольшей частицы.

6.3.5 Ножи стерильные или продезинфицированная мельница для микробиологического анализа (например, пробиотиков).

6.4 Оборудование для сокращения массы и измельчения сухих кормов (например, зерновых, минеральных смесей, гранулированных кормов)

6.4.1 Делитель желобковый.

6.4.2 Делитель роторный с вибрационным питателем.

6.4.3 Мельница режущая с набором сит с отверстиями 1,0; 0,5 и менее 0,5 мм.

6.4.4 Мельница режущая с ситами с отверстиями от 4 до 6 мм.

6.4.5 Мельница режущая и смешивающая (например, блендер или бытовая кофемолка).

6.5 Оборудование для хранения проб

6.5.1 Флаконы стерильные с герметичными крышками (например, бутылки из коричневого стекла для проб с нестабильными параметрами, такими как витамины) и для микробиологических целей.

6.5.2 Емкости с широкой горловиной с завинчивающейся крышкой из пластика.

6.5.3 Пакеты полиэтиленовые стерильные, герметично закрывающиеся, предназначенные для вакуумной упаковки для микробиологических целей.

6.5.4 Холодильник.

6.5.5 Морозильник.

7 Подготовка проб

7.1 Общие рекомендации

После регистрации, проверки, в том числе температуры, гомогенизации лабораторной пробы (см. 7.2), следующим этапом является процедура сокращения массы (см. 7.3).

На втором этапе частицы в анализируемых пробах уменьшаются до адекватных размеров, чтобы свести к минимуму ошибки деления, которые возникают при взятии навески из анализируемой пробы. Измельчение должно быть выполнено без изменения свойств анализируемого вещества (см. 7.4).

Корма с высоким содержанием влаги (массовая доля сухих веществ менее 86 %) перед измельчением до частиц размером 1,0 мм для анализа стабильных параметров необходимо частично высушить при температуре от 55 °С до 60 °С (см. 7.5).

Корма, содержащие комки или куски размером более 6 мм, перед делением необходимо измельчить или раздробить до размеров частиц менее (4 ± 2) мм (см. 7.6).

Для некоторых жирных или липких кормов (например, семян масличных культур, кормов для домашних животных, блоков мелассы) рекомендуются процедуры специальной подготовки пробы (см. 7.7).

Далее образцы хранят (см. 7.8).

Подготовка проб, взятых для анализа ближней инфракрасной (NIR) спектрометрией, должна соответствовать подготовке проб для построения градуировки. Данный анализ требует минимальную пробоподготовку или без нее, часто для анализа используют свежие, сухие, крупно нарезанные пробы.

Однако при выполнении градуировки может возникнуть необходимость высушить, мелко измельчить, а затем сократить массу, используя делитель, для получения пробы, подходящей для контрольного анализа.

7.2 Проверка пробы

7.2.1 Общее описание

Лабораторную пробу регистрируют (например, нумеруют).

Перед началом соответствующей процедуры подготовки проб требуется определенная проверка лабораторной пробы.

7.2.2 Контроль состояния пробы

Проба должна поступать в лабораторию без повреждений и, при необходимости, охлажденной или замороженной. Сопроводительные документы должны содержать полную и доступную информацию о полученной пробе. Нарушения (например, нет информации о типе кормов, нарушена упаковка, сопроводительные документы не соответствуют пробе) фиксируют и сообщают руководителю. Допускается устранение отдельных отмеченных нарушений. Если нарушения исправить невозможно, и замеченный недостаток может повлиять на результат анализа (например, когда масса пробы недостаточна, когда в лабораторной пробе присутствует плесень из-за слишком высокой влажности или из-за недостаточного охлаждения во время транспортировки в лабораторию), запрашивают другую пробу от той же партии.

7.2.3 Идентификация и начальный этап подготовки проб

Лабораторная проба должна быть идентифицирована, т. е. отнесена к определенной группе в соответствии с терминами и определениями категорий кормов (см. 2.3).

На начальных этапах подготовки в лабораторной пробе определяют содержание влаги. Проба с высоким содержанием влаги (массовая доля сухих веществ менее 86 %) должна быть подготовлена как можно скорее или храниться при низких температурах, чтобы не допустить порчу.

Для кормов со слишком высоким содержанием влаги (массовая доля сухих веществ менее 86 %) вся лабораторная проба перед размолом должна быть нарезана на кусочки размером около 1 см. При необходимости лабораторную пробу уменьшают методом ручного (альтернативного) деления, а затем частично высушивают. Приведенные выше процедуры рекомендуются для стабильных параметров и для анализа микотоксинов. При определении нелетучих компонентов допускается вакуумная сушка при низкой температуре или сублимационная сушка. Для определения нестабильных (летучих) параметров (например, органических кислот, аммиака, синильной кислоты, а также для генетически модифицированных организмов (ГМО) и органических остатков) для микробиологического анализа рекомендуется использовать пробу без предварительной сушки.

Для сухих кормов, состоящих из кусков размером более 6 мм, перед сокращением массы рекомендуется первое грубое измельчение всей пробы (например, с помощью щековой дробилки) до частиц размером от 4 до 6 мм.

7.2.4 Особенности пробоподготовки в зависимости от анализируемых параметров

Количество анализируемых проб зависит от количества параметров, которые будут анализировать.

Для анализа стабильных и нестабильных параметров, а также для микроскопического и микробиологического анализов, должны быть подготовлены отдельные анализируемые пробы. Любая оставшаяся часть лабораторной пробы используется в качестве контрольной (резервной).

В случае анализа стабильных параметров анализируемую пробу измельчают до частиц надлежащих размеров и хранят при комнатной температуре до дальнейшего анализа.

При анализе нестабильных параметров анализируемые пробы хранят при низких температурах и измельчают до частиц соответствующего размера в день анализа для предотвращения порчи.

Для микроскопических и микробиологических анализов важно, чтобы не выполнялось никакое предварительное измельчение. Анализируемые пробы для исследования пробиотиков не должны быть заморожены, только охлаждены до температуры 4 °С—10 °С.

Для микотоксинов и анализа ГМО методом полимеразной цепной реакции (ПЦР), если это возможно, перед сокращением массы вся лабораторная проба или большая часть оставшейся лабораторной пробы должна быть измельчена, а затем при необходимости сокращена.

Для анализа стабильных и нестабильных параметров после сокращения массы пробы из групп, перечисленных в таблицах 4 и 5, должны быть измельчены в соответствующих условиях (температура) до необходимого размера частиц, указанных в таблицах 7 и А.1 (приложение А).

Таблица 4 — Рекомендуемые размеры частиц анализируемой пробы для определения стабильных параметров и для микроскопии

Рекомендуемый размер частиц	Наименование стабильных параметров
1,0 мм	Питательные вещества (например, сырой протеин, сырой жир, сырая зола, сырая клетчатка, сахар, лактоза), если пробы не были измельчены ранее до частиц размером 0,5 мм; а также минеральные вещества (например, микроэлементы, тяжелые металлы) в кормах, если пробы не были измельчены ранее до размера частиц 0,5 мм или 0,1 мм
0,5 мм	Крахмал, аминокислоты, гидрокси аналог метионина (МНА)
0,1 мм	Минералы, микроэлементы и тяжелые металлы в минеральных смесях
Без размола	Микроскопический анализ (например, состав) или NIR/NIT (ближнего инфракрасного светопропускания) анализ, или ядерно-магнитный резонансный анализ масла, или анализ фитазной активности (если пробы не были измельчены ранее до размера частиц 1 мм)
Куски размером 1 см с последующим измельчением до 0,5 мм или 1 мм	В кормах для анализа соответствующей анализируемой пробы
Примечание — Подготовка и хранение проб возможны при комнатной температуре.	

Контрольные пробы хранят без измельчения, но если необходимы анализы микотоксинов или ГМО методом ПЦР, то вся лабораторная проба должна быть измельчена до требуемых размеров частиц.

Контрольную пробу хранят (если необходимо, измельчают) в условиях, сохраняющих ее неизменность в течение достаточного периода времени (например, до окончания срока годности пробы).

Таблица 5 — Рекомендуемые размеры частиц анализируемых проб для определения нестабильных параметров (разлагаемых, летучих, термочувствительных, микробиологических)

Рекомендуемый размер частиц	Наименование нестабильных параметров
1,0 мм	Влага, витамины, органические кислоты, 1,2-пропандиол, органические остатки пестицидов (ПХБ, ОСД и др.), антибиотики, ветеринарные препараты и микотоксины в сухих кормах
0,5 мм	Микотоксины (из-за неравномерного распределения в пределах лабораторной/анализируемой пробы) в сухих кормах, если пробы не были измельчены ранее до частиц размером 1,0 мм
Грубое измельчение	Микробиологические анализы зерновых и прессованных кормов, которые недостаточно разрушаются в питательных средах
Без размола, слегка раздавленные	Микробиологические анализы (например, пробиотики) гранулированных или мелкоизмельченных сухих кормов
Без размола	Витамины, антибиотики, лекарственные препараты и пробиотики в минеральных смесях и премиксах. Если размер частиц превышает требуемый для витаминов, антибиотиков, лекарственных препаратов (не пробиотиков), быстро размолоть до размера частиц 1,0 мм, избегая нагревания
Без размола, но разрезанные на куски размером 1 см	Влага, органические кислоты, аммиак, синильная кислота, каротин, бактерии, дрожжи и плесневые грибы в кормах
Без размола, но размоченные в термосмесителе	Органические остатки (пестициды, антибиотики, ветеринарные лекарственные препараты) в кормах
Примечание — Измельчение анализируемых проб должно быть проведено быстро и, если это возможно, в день анализа. Нужно избегать выделения тепла при измельчении. Если анализ не проводят сразу после подготовки анализируемой пробы или навески, то ее хранят при низких температурах в холодильнике. Исключение составляют анализируемые пробы для микробиологического анализа (например, пробиотики): если анализ не начат в течение 48 ч после измельчения, рекомендуется анализируемые пробы или навески хранить в морозильнике.	

7.3 Сокращение массы

Лабораторные пробы могут быть сокращены по массе на делительных устройствах или вручную.

Для сокращения массы рекомендуется использовать роторные или желобковые делители, которые позволяют сократить 100 г анализируемой пробы до репрезентативной навески менее 1,0 г.

Если было установлено, что погрешность деления незначительна или, если не представляется возможным корректно сократить массу устройствами (например, роторным или желобковым делителями), сокращение массы может быть выполнено вручную. Для формирования анализируемой пробы из лабораторной пробы в любом месте случайным образом выбираются от одной до нескольких сотен порций.

Из-за неоднородности лабораторной пробы небольшое количество порций может привести к очень большим ошибкам при формировании анализируемой пробы. Количество порций должно определяться приемлемостью допустимых ошибок, а не легкостью выполнения. Роторный делитель является наиболее точным для деления. Конусное деление и квартование являются очень неточными методами и не должны использоваться.

Если известно или предполагается, что корм имеет высокую степень расслоения или широкий диапазон размеров частиц, то репрезентативные анализируемые пробы должны составляться большим количеством порций.

Если известно, что корм не расслаивается, то можно использовать менее 10 порций.

При измельчении и просеивании пробы диапазон размеров частиц уменьшается, и допускается использовать меньшее число порций.

7.3.1 Устройства для сокращения массы

7.3.1.1 Желобковые делители

Критерии конструкции:

- четное число желобов;
- рекомендуется большое количество желобов;
- подающий совок открытого делителя должен быть точно такой же ширины, как и все желоба;
- ширина желоба должна быть не менее 2d + 5 мм, где d — диаметр самой крупной частицы, при этом следует убедиться, что желоба не закупориваются частицами, если ширина желоба является недостаточной;
- делители должны быть изготовлены из прочных, инертных материалов (например, из нержавеющей стали);
- не допускается использовать делители с согнутыми желобами или любыми дефектами.

Критерии для правильного использования:

- делитель должен находиться на твердой, ровной поверхности;
- не допускается засыпать пробу слишком быстро (желоба могут заполниться и переполниться);
- не допускается подавать пробу в открытый делитель с приемного поддона, корм раскладывают равномерно в подающий совок до засыпки в делитель и подают медленно в центр желобов (чтобы предотвратить пересыпание корма из мелких желобов в более глубокие);
- в бункер закрытого делителя корма подают медленно, движением назад и вперед; он должен быть равномерно распределен в бункере после подачи;
- мелкодисперсные порошки подают с осторожностью, так как они могут засорить желоба;
- мелкие фракции могут прилипать к делителю из-за статического электричества, поэтому делитель заземляют или используют антистатический коврик.

Точность работы желобковых делителей зависит от оператора.

Для проверки эффективности эксплуатационных качеств оборудования рекомендуется провести его испытание с продуктом, аналогичным корму, который будет разделяться.

7.3.1.2 Роторные делители

Критерии конструкции:

- делители должны быть изготовлены из инертных материалов;
- передняя кромка должна быть равноудаленной от центра (в форме круга);
- должна поддерживаться постоянная скорость;
- для предотвращения образования пыли необходимо минимизировать высыпание кормов с желоба на кромку;
- мелкодисперсные порошки должны подаваться с осторожностью, так как они могут засорить отверстия.

Критерии для правильного использования:

- для подачи корма в роторный делитель используют вибрационный питатель, т. к. ручная подача приводит к неравномерному делению;
- скорость подачи регулируют так, чтобы материал проходил через устройство подачи непрерывно, медленно, равномерно, без переполнения роторного делителя; каждое отделение (емкость) должно вмещать около 200 порций (рекомендуемое минимальное количество порций на отделение (емкость) составляет 50). Чем медленнее скорость подачи, тем большее число порций приходится на отделение (емкость) и, следовательно, более представительна анализируемая проба;
- после разделения каждая емкость должна содержать равный объем корма (объемы будут неравными, если один или более из разделительных желобов засорились, в этом случае весь корм требуется собрать и разделить заново).

Если корм содержит крупные частицы, то перед делением его грубо измельчают до размера частиц 4—6 мм (см. 7.6).

7.3.2 Ручное (альтернативное) деление

Это очень простой метод разделения со следующими преимуществами:

- может быть реализован в лаборатории или в поле;
- не требует дополнительного оборудования (например, делителей);
- имеет минимальные требования к очистке и обеззараживанию;
- можно получить любое число делений;
- имеет очень низкую ошибку деления пробы.

Лабораторная проба делится вручную на необходимое количество анализируемых проб путем сбора порций, которые поочередно помещают в контейнеры или пакеты.

Если проба должна быть разделена на две равные анализируемые пробы, то одна будет содержать нечетные порции, а другая анализируемая проба — четные порции.

Если проба должна быть разделена на три анализируемые пробы, первая будет содержать порции 1, 4, 7...; вторая будет содержать порции 2, 5, 8..., а третья будет содержать порции 3, 6, 9....

Для большего количества разделенных проб должна соблюдаться та же схема. Чтобы вычислить массу порции, m_{inc}, используют уравнение (1):

$$m_{inc} = \frac{m_{LS}}{n_{div} n_{inc}}, \quad (1)$$

где m_{LS} — масса лабораторной пробы;

n_{div} — количество анализируемых проб;

n_{inc} — количество порций.

Должны выполняться следующие условия:

- все порции должны быть примерно одного размера;
- каждая анализируемая проба должна иметь одинаковое количество порций точечных проб;
- отделяемые порции выбираются случайно;
- каждая анализируемая проба должна иметь, по возможности, не менее 30 порций;
- должен быть использован весь корм.

К концу процесса деления может остаться небольшое количество мелкой фракции. Для ее равномерного разделения рекомендуется уменьшить размер порции так, чтобы мелкая фракция одинаково распределилась между анализируемыми пробами с использованием не менее 10 порции.

7.4 Уменьшение размера частиц (измельчение)

7.4.1 Основные методы

Основные методы включают в себя:

- рубку: корм механически разрезают на несколько частей;
- дробление: применяют давление к крупным частицам для уменьшения на более мелкие фрагменты, в частности, переменно-щековые дробилки разрушают большие твердые частицы пробы на частицы диаметром от 1 до 15 мм;
- резку: режущие мельницы измельчают мягкие, средне-твердые и волокнистые корма, используя вращающиеся и неподвижные режущие ножи. Степень измельчения зависит от сита, используемого в комбинации с мельницей;
- использование блендера (гомогенизация): корма разбивают на более мелкие части и смешивают, чтобы сделать их более равномерными по текстуре и консистенции;

- размачивание: размягченный корм разрывается, рубится или нарезается на мелкие кусочки;
- истирание или измельчение: измельчение кормов для механического уменьшения размера частиц осуществляют путем резки, сдвига, сдавливания и истирания с использованием различных мельниц;
- прессование: выдавливание жидкости из полутвердых кормов (например, из фруктов и мяса) для дополнительного анализа;
- распыление: характеризуется воздействием различных мельниц, которые еще больше измельчают мелкие частицы кормовых материалов (менее 10 мм) до конечной крупности, обычно менее 75 мкм.

7.4.2 Требования к выбору оборудования измельчения

Требования к оборудованию для измельчения сильно отличаются в зависимости от материала пробы.

Оборудование не должно отрицательно влиять на последующие результаты анализа (например, быть причиной загрязнения следами элементов или тяжелых металлов, таких как хром или никель). Идентичные результаты должны достигаться при использовании одного и того же измельчающего оборудования в течение одного интервала времени.

Факторы, влияющие на выбор конкретного оборудования измельчения, включают в себя следующее:

- тип, плотность, физические и химические свойства корма, наличие нагревания, изменения влажности или химических реакций при измельчении,
- начальный максимальный размер частиц (например, куски, порошки и т. д.);
- конечный желаемый размер частиц (в миллиметрах или микрометрах) и диапазон допустимых размеров частиц;
- количество измельчаемого корма и число ежедневно или еженедельно измельчаемых лабораторных проб;
- затрата времени на измельчение при подготовке пробы;
- устойчивость к истиранию инструментов размола. Загрязнение из-за износа измельчающих или режущих элементов от измельчающего инструмента является постоянной угрозой и должно предотвращаться. Важно выбрать измельчающие инструменты, которые изготовлены из материалов, не влияющих на анализ. Обычно инструменты для измельчения изготавливают из нержавеющей стали, карбида вольфрама, агата, спеченного корунда, твердого фарфора и циркония. Необходимо использовать инструмент с более жесткой поверхностью, чем материал лабораторной пробы, и сводить к минимуму ее загрязнение;
- универсальность измельчающего оборудования.

Примечание — Из-за природы некоторых кормов может требоваться мокрое измельчение, или проба должна быть охлажденной, или обладать хрупкостью во время измельчения. Некоторые корма требуют измельчения в атмосфере инертного газа, с помощью жидкого азота или в вакууме;

- требования к очистке измельчающего оборудования. Невозможно размолоть лабораторные пробы без потери незначительного количества пробы, так как некоторая часть прилипает к измельчающей поверхности. Этот корм теряется во время очистки.

7.4.3 Типы оборудования для измельчения

7.4.3.1 Общее описание

Стандарт по классификации измельчающего оборудования отсутствует. В работе [7] описано и сгруппировано оборудование для лабораторий, исследующих корма.

7.4.3.2 Дробилки

Размер частиц уменьшают путем дробления материала. Дробилки используют для уменьшения частиц очень большого размера (диаметром до 150 мм) до фрагментов от 0,5 до 1 мм. Для дальнейшего уменьшения размеров частиц используют различные типы мельниц.

Щековые дробилки обеспечивают первый шаг в последовательном измельчении грубых кормов. Они работают путем сжатия корма в камере между двумя сильными мелющими щеками, где одна стационарная щека и одна подвижная. Щеки расположены между толстыми плитами, образующими проход, который сужается к регулируемой выходной щели.

Примечание — Современные мельницы (см. 7.4.3.3) также способны уменьшать очень большие частицы, так что специальная дробилка не является строго необходимой.

7.4.3.3 Измельчители

7.4.3.3.1 Общее описание

Измельчители могут быть сгруппированы в режущее оборудование, мельницы, измельчители, комбинированные из режущих и истирающих мельниц, ударные (молотковые) и воздухоструйные измельчители.

7.4.3.3.2 Режущее (ножевое) оборудование

Режущие измельчители используют лопасти или винты для рубки или резки корма и могут быть классифицированы в зависимости от того, измельчается продукт вращающимися лопастями против неподвижных режущих пластин, что приводит к измельчению, или вращающимися винтами, подающими корм на сито или абразивные истирающие кольца. Эти измельчители выпускают как в напольном исполнении (для кормов с размером частиц в основном от 60 до 100 мм) с тонкостью помола в диапазонах от 0,25 до 20,00 мм в зависимости от корма, так и в стендовом исполнении с тонкостью помола, определяемой ситами.

7.4.3.3.3 Мельницы

Мельницы могут быть сгруппированы в соответствии с их способом измельчающего действия (удар, трение, сдвиг, рубка, истирание и т. д.) и соответствующего начального и конечного размера частиц обрабатываемого корма. К ним относятся шаровые, центробежные, дисковые, планетарные, вихревые мельницы, пульверизаторы, мельницы с вибрационной чашей или с измельчающими дисками, или кольцами.

- В шаровых мельницах внутри закрытых размольных стаканов или чаш находятся твердые шарики, под действием которых при вращении измельчаются и смешиваются не очень твердые, хрупкие и волокнистые корма. Производительность и эффективность измельчения зависит от размера и формы размольной чаши, скорости вращения, а также от числа, массы и размера шариков, помещенных в чашу. Размер исходных частиц с 5—10 мм может быть уменьшен до размера частиц менее 10 мкм. Шаровые мельницы применяют для измельчения влажных и сухих кормов.

- Центробежные мельницы бывают двух типов: центробежные шаровые мельницы (в измельчающей камере вращается шар) и центробежные роторные мельницы (вращается ротор).

- Дисковые или штифтовые мельницы измельчают мягкие, средне-твердые и волокнистые материалы в непрерывном или порционном режиме. Корм измельчают путем подачи между неподвижными и медленно вращающимися измельчающими кругами с радиальными штифтами. Корм самотеком подается в центр стационарного диска и постепенно мелко перемалывается во время движения через скошенные шлифовальные зубы до полного измельчения на внешней кромке диска. Окончательный размер частиц устанавливается путем регулировки ширины щели. В основном, эти мельницы измельчают материалы с размером исходных частиц 20,0 мм до размера частиц 0,1 мм.

- Ударные мельницы, например, молотковые. Эти мельницы имеют быстро движущуюся часть, которая сталкивается с неподвижной частью, сжимая и разрывая корм. Разрушающая часть состоит из шарнирно прикрепленных молотков, которые предназначены для измельчения материала до относительно больших кусков. В этих мельницах дальнейшее измельчение происходит за счет последующего удара о корпус или сито.

- Планетарные мельницы развивают высокую разрушающую энергию за счет планетарных движений. В этом типе мельниц для быстрого измельчения используют двустороннее планетарное действие, как за счет удара, так и трения, в результате чего достигается размер частиц в очень узком диапазоне. Корм для измельчения помещают в чашу (или барабан) с измельчающими шарами, расположенную на вращающейся платформе. При планетарном движении чаши вращаются в направлении, противоположном направлению движения платформы, и дополнительные центробежные силы попеременно увеличиваются и уменьшаются. Измельчающие шары сворачивают на полпути вокруг чаши, а затем движутся на высокой скорости через чашу к противоположной стенке. Измельчение усиливается за счет взаимодействия шаров. Высокоэнергетическое планетарное движение обеспечивает получение узкого диапазона размеров частиц быстрее, чем обычные шаровые мельницы под действием силы тяжести. Этот тип мельниц может быть использован для сухого или мокрого помола мягких, твердых и хрупких кормов или для перемешивания, гомогенизации и эмульгирования суспензий и паст. Как правило, размер частиц может быть уменьшен с 10 мм до менее 1 мкм.

- Мельницы для тонкого помола, измельчают корма с исходным размером частиц 4—6 мм до приблизительно 75—250 мкм. У них нет единого механизма или способа действия, единственной общей чертой этих мельниц является получение конечного продукта очень тонкого помола.

- Истирающие мельницы представляют собой автоматизированный вариант пестика и ступки. Истирающий пестик соединен с двигателем переменной скорости, расположенным сверху, и измельчение происходит путем давления и трения между размольной чашей и истирающим рычагом (или пестиком). Истирающие мельницы могут быть использованы для измельчения влажных и сухих кормов. Чем больше время измельчения, тем меньше размер частиц. Размер частиц в общем случае может быть уменьшен примерно с 8 мм до диапазона 10—50 мкм.

- Мельницы с вибрационной чашей или с измельчающими дисками, или кольцами для измельчения проб используют сильное трение и энергию удара. Внутри измельчающего корпуса диски или дисковые кольца вибрируют и ускоряются за счет центробежной силы. Эти мельницы используют для максимально быстрого высокоэнергетического измельчения сухих и влажных кормов.

7.4.3.3.4 Комбинированные измельчители (истирающие и режущие)

Комбинированное оборудование использует для измельчения корма как резку (сдвиг), так и истирание. Корма подаются через камеру, где пробы измельчаются до тех пор, пока они не станут достаточно малы, чтобы пройти через сито.

7.4.3.3.5 Воздухоструйные измельчители

Путем подачи воздуха через сопла в камере измельчения воздухоструйного измельчителя создается высокоскоростной поток. С потоком воздуха корм питателем подается с регулируемой скоростью и втягивается в камеру измельчения, где он подвергается сериям высокоскоростных столкновений, приводящих к измельчению частиц. Как только поток поступает в сортирующее устройство соответствующего размера, продукт захватывается ловушкой и транспортируется в коллектор. Более крупные частицы остаются в потоке до тех пор, пока достаточно не уменьшатся. Изменение размера частиц достигается за счет регулирования скорости. Для подачи может быть использован чистый, сжатый воздух или инертный сжатый газ в баллонах, например, азот. Воздухоструйное оборудование используется для измельчения абразивных, чувствительных к загрязнению и нагреву, или летучих материалов. Сама проба является измельчающей средой, поэтому чистота пробы остается очень высокой. Конечный размер частиц находится в диапазоне от 0,5 до 45,0 мкм.

7.4.4 Сохранение неизменности свойств пробы

Для предотвращения потери влаги и сохранения неизменности свойств кормов, содержащих термически неустойчивые или летучие компоненты, требуется, чтобы нагревание в процессе измельчения было сведено к минимуму.

Для сохранения проб, охлажденных во время измельчения, допускается добавлять сухой лед непосредственно в ступку или шаровую мельницу (сухой лед должен быть получен из CO_2, свободного от примесей, которые могут привести к загрязнению пробы).

Некоторые мельницы оснащены охлаждающим блоком, обеспечивающим циркуляцию охлаждающей жидкости в процессе измельчения.

Если необходимы более низкие температуры для затвердевания корма, то его измельчение может быть выполнено в криогенной мельнице с жидким азотом.

При использовании охлаждающих веществ необходимо избегать конденсации влаги на корме для сохранения неизменности пробы.

7.4.5 Технологии смешивания

Для гомогенизации пробы часто применяют смешивание миксером. Как только пробу гомогенизируют, любая порция пробы считается идентичной пробе без дальнейшей подготовки. Это правило не может применяться для твердых кормов.

В некоторых случаях смешивание миксером возможно, в других случаях оно способствует сегрегации. Это особенно актуально для корма с частицами, различающимися по размерам и плотности.

При смешивании твердых частиц необходимо соблюдать осторожность. Хотя перемешивание миксером может быть целесообразным для многих минеральных проб, но необходимо учитывать указанные выше ошибки.

Одним из способов смешивания, который не рекомендуется, является перемешивание пробы шпателем вертикально несколько раз в верхней части контейнера.

Другим способом, недопустимым для сухих измельченных кормов, является встряхивание контейнера с пробой, когда он полностью или почти полностью наполнен. Корм в нижней части не смешивается должным образом и перемешивание может фактически способствовать сегрегации, делая ошибки сокращения массы еще больше.

Если сокращение массы осуществляется ручным альтернативным делением или роторным делителем, то нет необходимости смешивания корма.

Существует много других доступных способов смешивания, которые превосходят перемешивание (например, барабанный смеситель, лопастной смеситель, V-образный двойной цилиндрический смеситель).

Смешивание миксером является очень эффективным методом для повышения точности сокращения массы для жидкостей и полутвердых материалов (например, использование высокоскоростного миксера или эмульгатора для консервированных кормов для непродуктивных животных и для жидких кормов до взятия навески).

7.5 Предварительная сушка

Предварительная сушка перед измельчением до тонкого помола необходима для анализа стабильных параметров влажных кормов с массовой долей сухого вещества менее 86 % (например, силоса, пищевых отходов); для нестабильных параметров предварительная сушка не допускается.

Предварительную сушку проводят с помощью сушильного шкафа или микроволновой печи. Цель состоит в том, чтобы высушить корм, выдерживая пробу при температуре от 55 °С до 60 °С, так, чтобы химический состав был минимально затронут. Сушка при температуре выше 60 °С вызывает химические изменения в кормовом материале (например, сворачивание белка). Перед измерением содержания сухого вещества после предварительной сушки высушенный кормовой материал должен быть выдержан при комнатной температуре в течение 15 мин для того, чтобы свести к минимуму изменение влажности в процессе измельчения и хранения. Предварительная сушка не удаляет всю воду из кормов, поэтому она не позволяет определить общее содержание сухого вещества корма. После предварительной сушки анализируемую пробу измельчают и высушивают с целью удаления оставшихся 3 %—15 % влажности для определения остаточного содержания сухого вещества, используемого при расчете других параметров.

Таким образом, рекомендуется двухступенчатая процедура определения содержания сухих веществ. В первую очередь, определяют предварительное содержание сухого вещества (PDM), затем определяют остаточное содержание сухого вещества в измельченной навеске (RDM) и с их учетом рассчитывают общее содержание сухого вещества (TDM).

Для анализа микотоксинов и ГМО методом ПЦР, если это возможно, следует высушить всю нарезанную лабораторную пробу при температуре от 55 °С до 60 °С и измельчить до частиц достаточного размера.

Пример — Процедура предварительной сушки кормов

Всю лабораторную пробу нарезают на кусочки размером 1 см с помощью ножниц, ножа для бумаги или лабораторной мельницы для кормов. Измельчают все части кукурузы. Силос измельчать не нужно.

1) Предварительная сушка с использованием сушильного шкафа.

Всю (рубленую) лабораторную или анализируемую пробу массой от (300 ± 1) г до (500 ± 1) г взвешивают в емкости с известными размерами (например, алюминиевой коробке размером 20 × 12 × 4 см) и сушат при температуре от 55 °С до 60 °С в течение 24 ч, пока массовая доля влаги не достигнет примерно 8 %—12 %.

2) Предварительная сушка с использованием микроволновой печи.

Всю (рубленую) лабораторную или анализируемую пробу взвешивают в сухом тарированном бумажном пакете и сушат. Время сушки и установка мощности варьируются в зависимости от типа корма и содержания влаги.

Примечание — Во время сушки с использованием микроволновой печи могут возникать «горячие точки». Хотя в основном, корм еще влажный, может начаться перегревание в отдельной точке. Точки перегрева можно определить во время перемешивания кормов между циклами сушки, корм при этом слишком горячий на ощупь, дымится или начинает пахнуть горелым.

После сушки коробку или бумажный пакет охлаждают до комнатной температуры, взвешивают и вычисляют массовую долю сухого вещества после предварительной сушки, w_{PDM}, %, по формуле

$$w_{PDM} = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100, \qquad (2)$$

где m_3 — масса корма и контейнера после предварительной сушки, г,

m_1 — масса контейнера, г;

m_2 — масса корма и контейнера перед предварительной сушкой, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

Наряду с массовой долей сухого вещества предварительно высушенной пробы (w_{PDM}) аналогично рассчитывают массовую долю остаточного сухого вещества в измельченной и повторно высушенной при более высокой температуре (103 ± 5) °С пробы (w_{RDM}).

Для расчета стабильных параметров на абсолютно сухое вещество (100 % содержания сухой массы) рассчитывают массовую долю общего сухого вещества, w_{TDM}, %, по формуле

$$w_{TDM} = \frac{w_{PDM} w_{RDM}}{100}, \quad (3)$$

где w_{PDM} — массовая доля сухого вещества предварительно высушенной пробы, %;
w_{RDM} — массовая доля остаточного сухого вещества пробы после дополнительной сушки, %;
100 — коэффициент пересчета в проценты.

Значение анализируемого параметра, рассчитанное на абсолютно сухое вещество (100 % содержания сухой массы), A_{DM}, выраженное в условных единицах, вычисляют по формуле

$$A_{DM} = \frac{A_{PDM}}{w_{RDM}} \cdot 100, \quad (4)$$

где A_{PDM} — значение анализируемого параметра в предварительно высушенной пробе, выраженное в условных единицах;
w_{RDM} — массовая доля остаточного сухого вещества пробы после дополнительной сушки, %;
100 — коэффициент пересчета в проценты.

Значение параметра, рассчитанное на начальное (общее) содержание сухой массы лабораторной пробы (соответствующее корму FM, скармливаемому животным или полученному лабораторией), A_{FM}, выраженное в условных единицах, вычисляют по формуле

$$A_{FM} = \frac{A_{PDM} w_{PDM}}{100}, \quad (5)$$

где A_{PDM} — значение анализируемого параметра в предварительно высушенной пробе, выраженное в условных единицах;
w_{PDM} — массовая доля сухого вещества предварительно высушенной пробы, %;
100 — коэффициент пересчета в проценты.

7.6 Грубое измельчение

Если корм состоит из кусков или размер его частиц более 6 мм, вся лабораторная проба должна быть выровнена с помощью щековой дробилки или режущей мельницы или нарезана до частиц размером от 4 до 6 мм перед сокращением массы или получением анализируемой пробы для обеспечения однородности.

При этом во избежание ухудшения пробы следует учитывать требования для нестабильных параметров (например, измельчение в день анализа).

7.7 Специальные процедуры подготовки проб

С целью получения представительной анализируемой пробы для кормов, содержащих большое количество жира, желатина или патоки, рекомендованы специальные процедуры пробоподготовки:

- помещение всей лабораторной пробы в морозильную камеру на ночь и осуществление подготовки пробы в замороженном или охлажденном состоянии;
- использование сухого льда во время деления и измельчения, чтобы проба оставалась достаточно холодной для предотвращения слипания или плавления;
- измельчение пробы в мельнице с интервалом в 30 с;
- грубое измельчение всей лабораторной пробы до прохода через сито с отверстиями 6 мм.

7.8 Хранение

После того, как репрезентативная анализируемая проба была подготовлена из лабораторной пробы, важно сохранить ее неизменность на протяжении всего периода нахождения в лаборатории, включая все аналитические процессы, представление данных, и заканчивая окончательной утилизацией ее остатка.

Правильное хранение может включать хранение при пониженной температуре (охлаждение или замораживание), защиту от высушивания или увлажнения, защиту от ультрафиолета и т. д., вредного воздействия микроорганизмов, которые могут разрушать органические соединения.

Необходимые условия хранения варьируются в зависимости от типа исходного корма или параметра, подлежащего анализу.

При принятии решения о необходимых условиях хранения каждой пробы учитывается ее состав, взаимодействие компонентов, их химическая или ферментативная активность, присущая анализируемым кормам.

Для решения этих вопросов в лаборатории должен быть разработан и утвержден регламент хранения и утилизации проб.

8 Проверка подготовки проб (контроль качества)

8.1 Общие рекомендации

Тесты для оценки погрешности пробоподготовки зависят от анализируемого корма, анализируемых параметров и исполнителя.

Тесты могут быть использованы для оценки нового оборудования путем сравнения результатов испытания на предыдущем оборудовании.

Этот принцип заключается в проверке каждой стадии пробоподготовки с использованием двух или более очень разнородных материалов, которые могут быть легко разделены так, чтобы величину ошибки можно было легко измерить.

При выборе метода представляет интерес максимальный диапазон содержания вещества в кормах. Так, например, смесь сахара и соли может варьироваться от 100 % сахара + 0 % соли и наоборот. Смесь кукурузы с массовой долей сырого протеина 9 % и корма для скота в виде гранул с массовой долей сырого протеина 14 % имеет гораздо меньшую ошибку при определении сырого протеина, объясняемую небольшим различием его максимальных значений. Корма, содержащие небольшие количества витамина А с активностью 650 000 МЕ/г в виде микрогранул размером 0,5 мм, представляют собой гораздо более серьезную проблему при подготовке, чем простые зерновые смеси. Следовательно, методы подготовки, достаточные для одного вещества (например, сырого протеина), могут оказаться недостаточными для другого анализируемого вещества (например, витамина А).

Комнатная температура, влажность, вентиляция и очистка воздуха могут повлиять на качество процедуры подготовки пробы, особенно в климате, который страдает перепадами влажности или температуры.

Применяют оборудование, обычно используемое для простых материалов. Очень важно, чтобы испытание новейших сит и мельниц не ограничивалось лучшими результатами производительности по сравнению с предыдущим оборудованием. Цель состоит в том, чтобы убедиться, что все оборудование и методы, используемые операторами, соответствуют требованиям получения представительной пробы.

В качестве примеров некоторые процедуры испытаний приведены в 8.2—8.4. Эти процедуры рекомендуется использовать в работе лаборатории.

8.2 Выполнение сокращения массы (деление)

Это испытание выполняют для оценки делителя с помощью неоднородной смеси.

Пример:

Очищенную кукурузу, оставшуюся на сите с размером ячеек 5 мм и массой 400,0 г, помещают в банку. Затем добавляют 40,0 г овса, оставшегося на сите с размером ячеек 4 мм, отбрасывая корм, оставшийся на сите с размером ячеек 5 мм и прошедший через сито с размером ячеек 4 мм. Затем добавляют 4,0 г очищенных семян люцерны, прошедших сквозь сито с размером ячеек 4 мм. Тщательно смешивают в банке.

Делят, применяя принятую в лаборатории процедуру. Отдельные порции каждого деления просеивают с использованием сит с размером ячеек 4 мм и 5 мм и взвешивают.

Повторяют вышеуказанные процедуры не менее пяти раз.

Вычисляют среднее значение и стандартное отклонение от общего деления в правом и левом отделениях. Определяют, дает ли делитель соотношение 50:50.

Вычисляют среднее значение и стандартное отклонение восстановления кукурузы, овса и люцерны для правого и левого отделений по отдельности. Определяют, есть ли различие между правым и левым отделениями. Рассчитывают стандартное отклонение (см. таблицу 6).

Поддержание соотношения компонентов имеет решающее значение во время деления. Рассчитывают процент восстановления каждого компонента в каждом делении в виде процента от теоретического восстановления.

Массовую долю кукурузы левого деления, $w_{L,m,rec}$, %, вычисляют по формуле

$$w_{L,m,rec} = \frac{m_{L,m,ac}}{m_{L,m,ac} + m_{L,o,ac} + m_{L,a,ac}} \cdot 100 = \frac{200}{200 + 20 + 2} \cdot 100, \quad (6)$$

где $m_{L,m,ac}$ — масса кукурузы левого отделения, г;

$m_{L,o,ac}$ — масса овса левого отделения, г;

$m_{L,a,ac}$ — масса люцерны левого отделения, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

Необходимо накопить достаточное количество данных для определения приемлемой вариации для каждого делительного устройства.

Для ротационного делителя взвешивают массу делений, вычисляют и сравнивают массовые доли всех позиций: № 1 и так далее.

Таблица 6 — Пример результатов взвешивания (левых и правых) отделений трех фракций из смеси кукурузы (400,0 г, размером более 5 мм), овса (40,0 г, размером от 4 до 5 мм) и люцерны (4,0 г, размером менее 4 мм) после просеивания, при использовании сит с размером ячеек 4 мм и 5 мм

	Результаты взвешивания после просеивания делений, г					
	Отделение 1 (слева) Кукуруза > 5 мм	Отделение 2 (справа) Кукуруза > 5 мм	Отделение 1 (слева) Овес от 4 мм до 5 мм	Отделение 2 (справа) Овес от 4 мм до 5 мм	Отделение 1 (слева) Люцерна < 4 мм	Отделение 2 (справа) Люцерна < 4 мм
Повтор 1	200	200	40	40	2	2
Повтор 2	196	204	38	42	1,9	2,1
Повтор 3	190	210	36	44	1,5	2,5
Повтор 4	199	199	39	39	1,9	1,9
Повтор 5	180	200	35	40	1,5	1,7
Среднее, г	193	203	38	41	1,8	2,0
sr[a], г	7	4	2	2	0,2	0,2
CVr[b], %	3	2	5	4	11	12
Соотношение 50:50	48	51	47	51	44	51

[a] Стандартное отклонение повторяемости пяти повторов.

[b] Коэффициент вариации повторяемости пяти повторов.

8.3 Выполнение уменьшения размера частиц (измельчение)

8.3.1 Качество измельчения и восстановление

Мельницу тщательно очищают. Записывают массы пустых сит 20 меш, 30 меш, 40 меш (см. таблицу 7) и поддона. Взвешивают 200 г очищенной кукурузы. Измельчают и взвешивают измельченный корм. Просеивают через сито 20 меш, 30 меш и 40 меш. Вычисляют массу остатка на каждом сите (общая масса за вычетом массы сита) и проценты остатков на сите 20 меш, 30 меш и 40 меш, а также процент прохода.

Рассчитывают процент восстановления путем суммирования процентов остатков на всех ситах и процента прохода.

Очищают мельницу и повторяют процедуру с использованием 100 г, например, крупной каменной соли. Измельченную соль используют для продолжения испытания по 8.3.2.

Процент восстановления, размер частиц и потери меняются в зависимости от вида корма.

Некоторые корма не могут измельчаться должным образом без специальной обработки (например, корма, содержащие большое количество мелассы, замораживают перед измельчением). В некоторых смесях слишком тонкий помол может привести к чрезмерному нагреву и разрушению веществ, таких как витамин А. Безусловным признаком перегрева мельницы является оседание воды, жира или мочевины на шейке входа.

Таблица 7 — Взаимосвязь значений размеров сит и размеров частиц

Размер сита, меш	Размер частиц, мм	Размер сита, меш	Размер частиц, мм
2,5	8,0	50	0,30
3	6,73	60	0,25
5	4,0	80	0,18
8	2,38	100	0,149
10	2,0	140	0,105
14	1,41	170	0,088
18	1,0	200	0,074
20	0,84	270	0,053
30	0,59	325	0,044
40	0,42	400	0,037

8.3.2 Следовые остатки

Готовят раствор 5 г/дм^3 йода в водном растворе 50 г/дм^3 йодистого калия. Хранят его в темной или не пропускающей свет посуде и проверяют перед использованием путем добавления нескольких капель в крахмал или кукурузную муку. Если появляется глубокий синий цвет, то раствор пригоден для использования

Обнаруживают следовые остатки кукурузного крахмала в измельченной соли из эксперимента в 8.3.1, наблюдая за черно-фиолетовой окраской, полученной с йод-йодид раствором. Для этого взвешивают 10 г соли в пробирку, добавляют 20 дм^3 воды и перемешивают, затем добавляют две капли йодокрахмального реагента. Сравнивают интенсивность окраски с известным цветом смеси измельченной кукурузы с чистой солью. Следовой остаток, как правило, не должен превышать 50 мг кукурузной муки в 10 г соли или 0,5 г остатка от 200 г помола.

Эти тесты подтверждают необходимость такого способа измельчения проб, который минимизирует следовой остаток, например, сначала измельчают корма с низким содержанием анализируемого параметра, а затем премиксы и концентраты с высоким содержанием этого параметра.

8.4 Выполнение смешивания

Измельчение часто является источником сегрегации, так как трудные для измельчения частицы не могут пройти через сито так быстро, как мягкие частицы. Неправильное смешивание может только усугубить эту проблему.

Емкость для смешивания должна быть заполнена не более чем на две трети или на половину объема.

Используют обычный контейнер для хранения, добавляют необходимое количество измельченной пшеницы или аналогичного светлого материала, чтобы заполнить четверть объема контейнера. Сверху этой четверти объема насыпают слой измельченной цветной минеральной смеси. Перемешивают, качая контейнер под углом 45° относительно его центра. Записывают время, необходимое для перемешивания содержимого, пока оно не будет смешано визуально. Это метод несмешанных слоев может быть использован для тестирования любых способов смешивания кормов в лабораториях.

Большинство методов смешивания не дают нужных результатов, если объем анализируемой пробы составляет более половины от объема контейнера. Если контейнер заполнен более чем на три четверти, то смешивание приводит к серьезным ошибкам.

9 Категории кормов. Особые замечания и схемы

9.1 Общие рекомендации

В этом разделе приведены примеры кормов для животных с их характеристиками и некоторыми особенностями по перечисленным категориям, а также соответствующие схемы для иллюстрации пробоподготовки.

Необходимо содержать все оборудование в чистоте, чтобы избежать загрязнения одной пробы от другой, особенно при работе с пробами лекарств и антибиотиков и особенно при обработке кормов, которые имеют содержание витамина А более 1 × 10^6 МЕ/кг или имеют содержание препарата в граммах на килограмм или миллиграммах на килограмм. При необходимости оборудование моют между испытаниями проб. Особенно аккуратно следует работать с премиксами и чистыми или концентрированными добавками.

Для микробиологического анализа (например, пробиотиков) пробы не замораживают.

Общие сведения о подготовке проб представлены на рисунке 3.

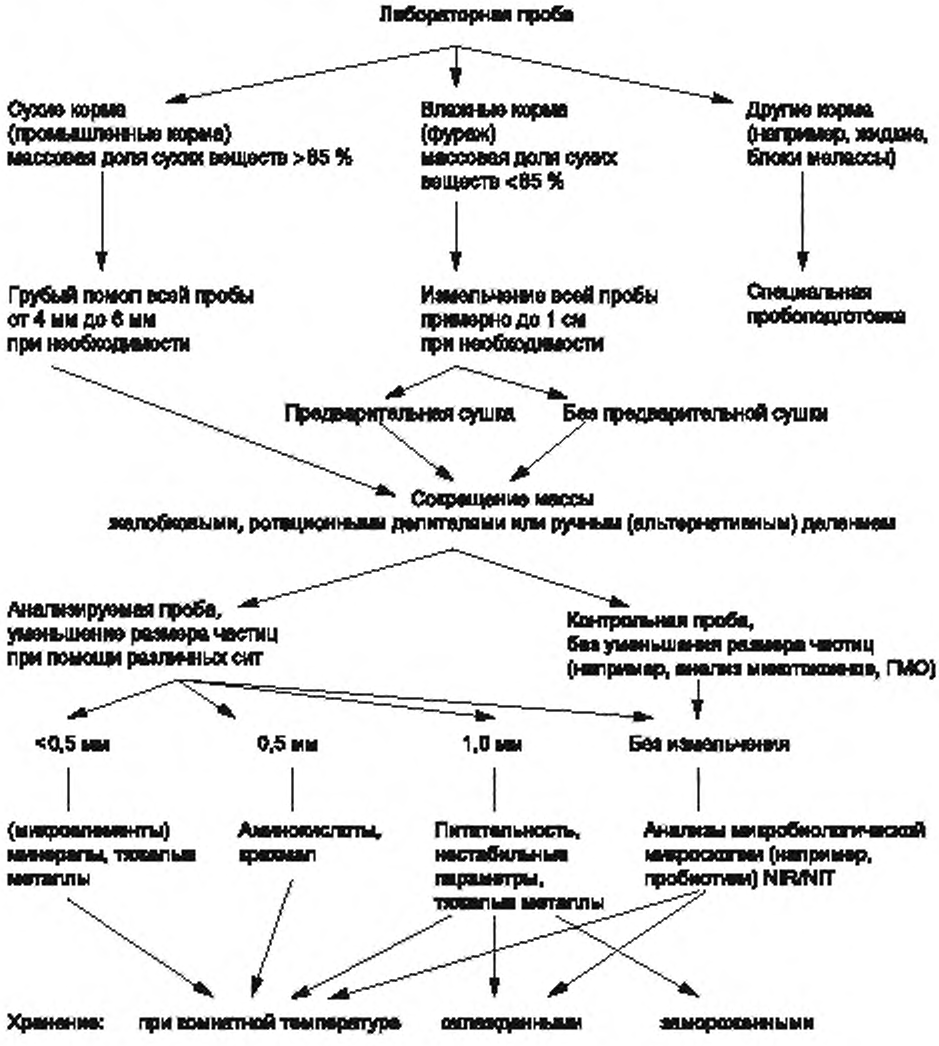


Рисунок 3 — Общие рекомендации по подготовке проб

9.2 Корм для птиц

Компоненты корма могут разделяться из-за различий в плотности и размере частиц смеси зерновых и масличных культур. Поэтому для получения анализируемой пробы корма для птиц используют роторные делители или закрытые желобковые делители. Сохраняют пробы для микроскопии или на обнаружение присутствия вредных семян сорняков.

Пробы измельчают до нужного размера частиц для достижения равномерного распределения всех компонентов. Масличные культуры лучше измельчать в блендере или используя технологию охлаждения, например, сухой лед.

Схема подготовки проб корма для птиц приведена на рисунке 4.



Рисунок 4 — Схема подготовки проб корма для птиц

9.3 Хлопок-сырец

Хлопок-сырец получают в необработанном виде (с шелухой и пухом вокруг семени). Из-за трудностей в делении, вызванных неоднородностью пуха, окружающего семя, всю лабораторную пробу измельчают до прохода через сито 6 мм. Оставшийся пух затем отделяют вручную путем просеивания семян через сито с размером ячеек 6 мм.

Отделенные хлопковые семена мелко измельчают. Для определения микотоксинов анализируемую пробу хранят в замороженном виде, чтобы предотвратить рост плесени. Запас неизмельченной пробы может быть сохранен на случай вопросов о делении, измельчении или споров по поводу результатов анализов.

Анализы выполняют как на фракции пуха, так и на фракции семян. Результат испытания хлопка-сырца в целом, w_W, г/кг, вычисляют путем математического объединения полученных результатов по формуле

$$w_W = \frac{w_{lint} m_{lint}}{m_{lint} + m_{meat}} + \frac{w_{meat} m_{meat}}{m_{lint} + m_{meat}}, \quad (7)$$

где w_{lint} — результат испытания фракции пуха, г/кг;
w_{meat} — результат испытания фракции семян, г/кг;
m_{lint} — масса фракции пуха, г;
m_{meat} — масса фракции семян, г.

Следует сохранять все оборудование в чистоте во избежание загрязнения одной пробы другой. При необходимости оборудование моют между пробами.

Схема подготовки проб хлопка-сырца приведена на рисунке 5.

9.4 Минеральная смесь

Поскольку различие в плотности и размере частиц может привести к разделению компонентов минеральных смесей, сокращение массы необходимо проводить с помощью роторного или желобкового делителей. Массу пробы уменьшают до массы анализируемой пробы, являющейся представительной. Неизмельченными сохраняют контрольную пробу и анализируемые пробы для микроскопии и микробиологических анализов (например, пробиотиков), анализа антибиотиков, лекарств и витаминов при низких температурах, так как эти анализы требуют проб больших размеров.

Анализируемую пробу мелко измельчают для определения минеральных веществ. Не измельчают анализируемую(ые) пробу(ы) для определения лекарств, витаминов, микробиологических веществ (например, пробиотиков) и антибиотиков, если частицы пробы достаточны по размеру, в другом случае анализируемую(ые) пробу(ы) измельчают до размера частиц 1,0 мм в день анализа. Измельчение, смешивание и взаимодействие компонентов с повышением температуры при измельчении приводит к разрушению витаминов, антибиотиков и микроорганизмов (например, пробиотиков). Измельчение увеличивает доступ воздуха к пробе, что вызывает ее окисление. Охлаждение или замораживание анализируемой пробы предотвращают разрушение витаминов.

Разделение или измельчение пробы корма сразу после деления или измельчения минеральной смеси создает потенциал для ее загрязнения. Чтобы избежать загрязнения, рекомендуется группировка проб по уровню содержания анализируемого вещества. Корма и смеси с низким содержанием анализируемого вещества делят и измельчают в первую очередь. Если возникает вероятность радиоактивного загрязнения, оборудование после измельчения тщательно моют.

Для микробиологических анализов (например, пробиотиков) анализируемая проба не должна замораживаться.

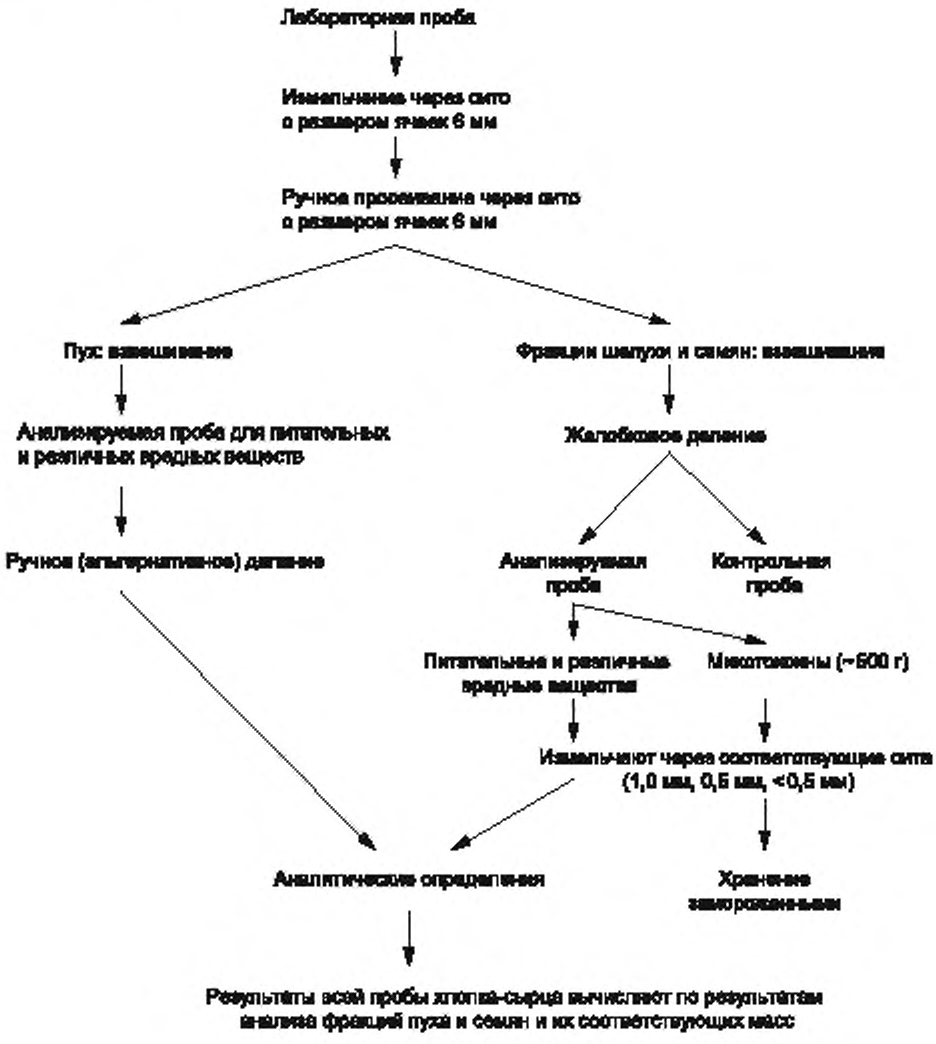


Рисунок 5 — Схема подготовки проб хлопка-сырца

Схема подготовки проб минеральных смесей приведена на рисунке 6.



Рисунок 6 — Схема подготовки проб минеральных смесей

9.5 Сухие корма

Поскольку различия в плотности и размере частиц могут привести к расслоению компонентов сухих кормов, следует использовать желобковый или роторный делитель для получения представительных анализируемых проб. Сохраняют неизмельченными контрольную пробу для микроскопии и анализируемые пробы для некоторых лабораторных анализов. Лабораторную пробу для анализа витаминов или лекарств сохраняют неизмельченной в отдельном контейнере, так как эти анализы требуют проб больших размеров.

Одну из анализируемых проб для ближайших и минеральных анализов мелко измельчают. Анализируемые пробы для витаминов и антибиотиков не измельчают до дня проведения анализа, при этом для предотвращения разрушения пробы охлаждают или замораживают. Дробление, смешивание и взаимодействие компонентов с повышением температуры при измельчении ускоряет процесс изменения пробы. Кроме того, измельчение увеличивает доступ воздуха к пробе, что вызывает ее окисление.

Для микробиологического анализа (например, пробиотиков) гранулированные корма, которые легко ломаются, или корма в виде россыпи не измельчают; зерно и корма, состоящие из гранул, которые не так легко ломаются, грубо измельчают без нагревания. Анализируемые пробы не замораживают, но хранят в холодильнике в стерильных герметично закрытых пластиковых контейнерах.

Деление или измельчение пробы корма сразу после деления или измельчения минеральной смеси, витаминов, лекарств, премиксов создает условия для ее загрязнения. Чтобы избежать загрязнения, рекомендуется группировать пробы по уровню содержания анализируемого вещества. Сначала делят и размалывают готовые корма, затем — премиксы или минеральные смеси. Если существует вероятность загрязнения, оборудование тщательно моют.

Пробы хранят в герметичных контейнерах, чтобы предотвратить изменение влажности.

Схема подготовки проб сухих кормов приведена на рисунке 7.

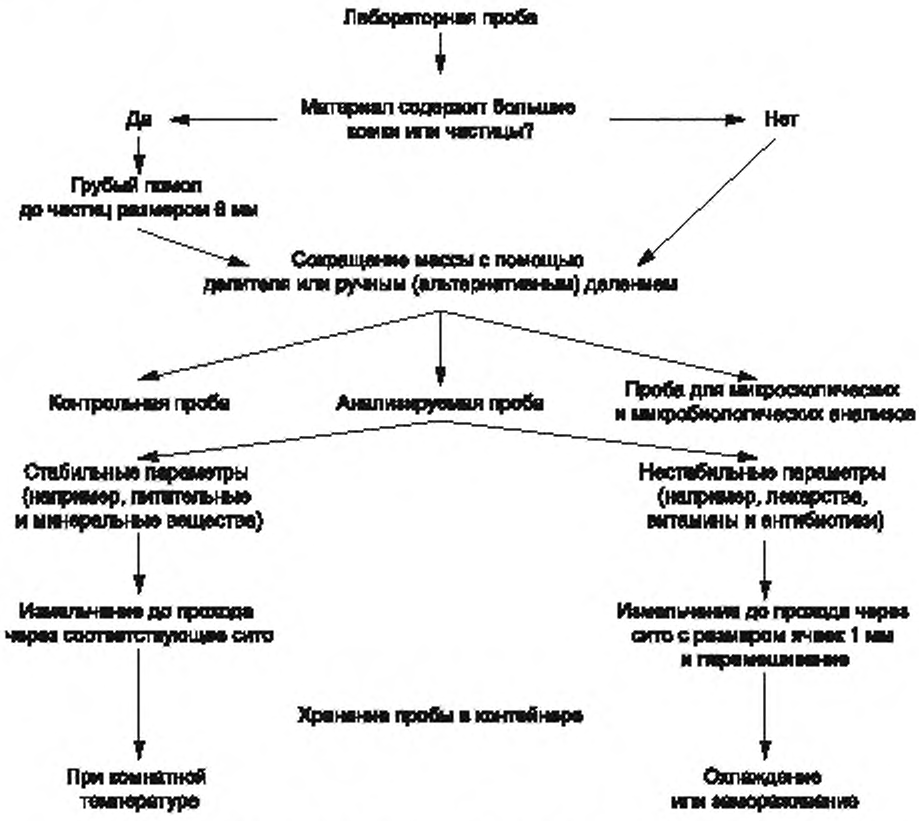


Рисунок 7 — Схема подготовки проб сухих кормов

9.6 Корма, включая силос, сено, сенаж, полнорационную смесь и побочные продукты

В связи с разнообразной природой кормовых материалов получение анализируемых проб из лабораторной пробы затруднено. Всю пробу крупно измельчают и перемешивают. Сохраняют контрольную пробу грубого измельчения для решения спорных вопросов, связанных с делением или анализом пробы. Сухие контрольные пробы хранят при комнатной температуре, влажные контрольные пробы охлаждают или замораживают.

Для некоторых микроорганизмов (например, дрожжей), замораживание пробы может привести к ее ухудшению при размораживании, поэтому пробы для микробиологического анализа хранят в холодильнике, не замораживая.

Большинство проб кормов, сена и т. д., полученных лабораторией, попадают в одну из следующих категорий:

- достаточно сухие, которые необходимо измельчить и проанализировать немедленно (сухого вещества ≥ 90 %, например, трава или натуральное сено, гранулированная люцерна);

- достаточно сухие для грубого измельчения до прохода через сито с размером ячеек от 4 мм до 6 мм, но слишком влажные для мелкого помола (сухое вещество ≥ 86 %, например, сено бобовых);

- пробы, которые должны быть предварительно высушены перед грубым измельчением (массовая доля сухих веществ < 86 %, например, силос, свежие растения).

Влажность, при которой кормовой материал может быть измельчен, определяется самим кормовым материалом, типом дробилки, который будут использовать, и тонкостью помола. Большинство кормов, имеющих массовую долю сухого вещества более 86 %, могут быть измельчены до прохода через сито с размером ячеек от 4 мм до 6 мм с использованием режущей мельницы без проблем (прилипания

в мельнице, потери влаги и т. д.). Однако, при использовании мельницы для измельчения кормовых материалов до прохода через сито 1 мм, они должны иметь массовую долю сухого вещества более 90 %, чтобы иметь возможность должным образом измельчаться.

Корма, имеющие массовую долю сухого вещества больше или равную 86 %, которые являются слишком крупными по своему объему для измельчения до требуемой для анализа крупности, сначала измельчают на режущей мельнице до прохода через сито с размером ячеек от 4 мм до 6 мм. Сокращение массы грубо размолотой пробы проводят с помощью желобкового делителя или ручным (альтернативным) делением. При необходимости, частично высушенную и выделенную анализируемую пробу измельчают до требуемой для анализа крупности.

Для анализа каротина выделенную после измельчения до прохода через сито с размером ячеек 6 мм анализируемую пробу измельчают до прохода через сито с размером ячеек 1 мм, помещают в герметичный контейнер и замораживают.

Для анализа микотоксинов используют всю лабораторную пробу, если не требуются какие-либо другие анализы. Если проводятся все анализы, то после грубого измельчения выделяют анализируемую пробу для анализа питательных веществ, а оставшуюся пробу используют для анализа микотоксинов. Взвешивают всю лабораторную или анализируемую пробу в сухой, тарированной емкости. Сушат в сушильном шкафу. Охлаждают до комнатной температуры и взвешивают. Измельчают до прохода через сито с размером ячеек 1 мм. Переносят всю измельченную пробу в емкость с широким горлом и перемешивают опрокидыванием в течение 5 мин. Чтобы обеспечить перемешивание, необходимо, чтобы емкость была заполнена менее чем на две трети.

Корма с массовой долей сухого вещества менее 86 % должны быть частично высушены перед измельчением. При необходимости для облегчения сушки и деления влажный материал рубят. Всю влажную лабораторную пробу высушивают, затем грубо измельчают до прохода через сито с размером ячеек 6 мм, а затем делят.

Для микробиологического анализа пробы без сушки разрезают стерильным ножом на куски 1 см.

Некоторые кормовые материалы требуют специальной обработки, чтобы избежать потери анализируемого вещества при подготовке пробы.

Цианид (синильная кислота) быстро высвобождается из рубленого сорго. Поэтому представительную часть нарезанной влажной лабораторной пробы помещают в полиэтиленовый пакет, запечатывают и немедленно замораживают. Если растения представлены с пастбища целиком, выделяют только съедобную часть.

Аммиак и органические кислоты (молочная, уксусная, масляная) могут испаряться из силоса во время сушки в печи. В этом случае выделяют представительную часть невысушенной лабораторной пробы, помещают в полиэтиленовый пакет, запечатывают и замораживают для определения белка, общего азота, небелкового азота, аммиака или органических кислот.

Схема подготовки проб кормов, включая силос, сено, сенаж, полнорационную смесь и побочные продукты, приведена на рисунке 8.

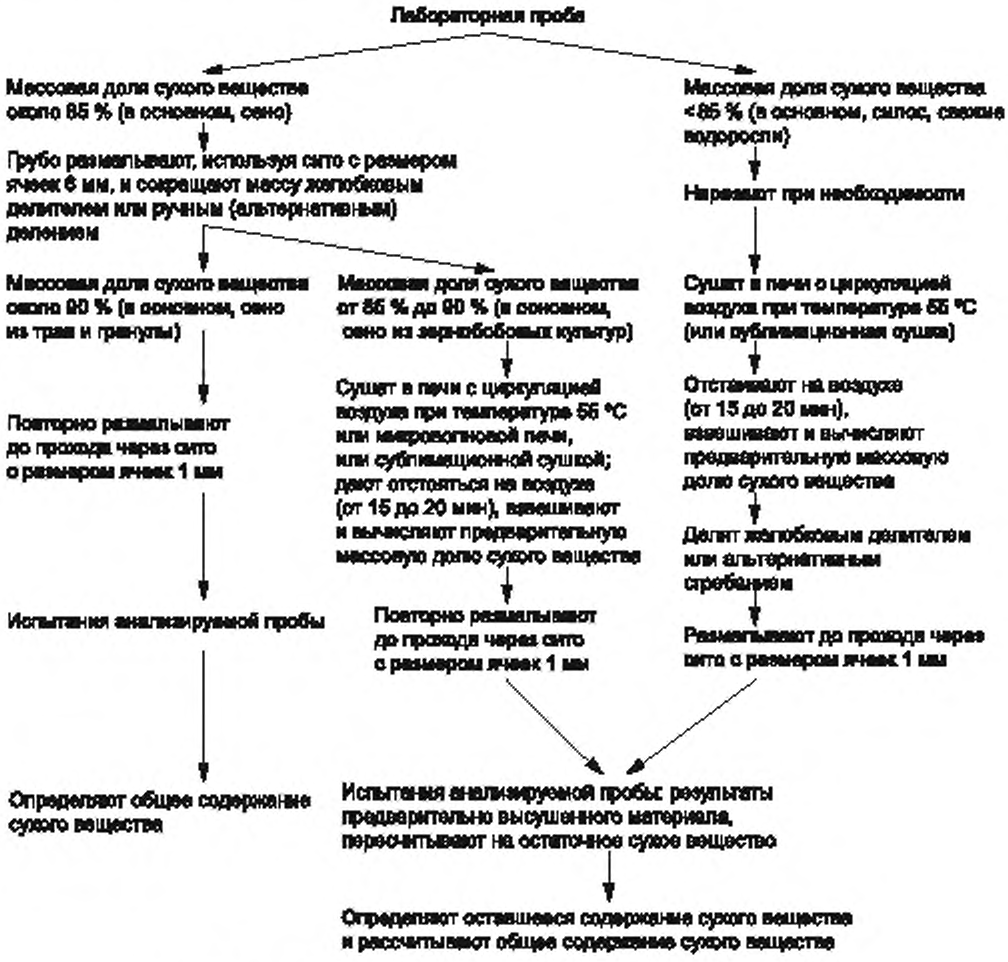


Рисунок 8 — Схема подготовки проб кормов, включая силос, сено, сенаж, полнорационную смесь и побочные продукты

9.7 Семена масличных культур и корма с высоким содержанием жира

Пробы семян масличных культур легко сокращают с использованием желобкового или роторного делителя. Измельчение семян масличных культур затруднено в мельницах, обычно используемых для сухого корма, в связи с высоким содержанием масла. Для измельчения семян масличных культур рекомендуется использовать блендер. Рекомендуется в процессе измельчения поддерживать низкую температуру (с помощью циркулирующей охлаждающей жидкости) или использовать сухой лед, чтобы предотвратить плавление или окисление жиров.

Схема подготовки проб семян масличных культур и кормов с высоким содержанием жира приведена на рисунке 9.



Рисунок 9 — Схема подготовки проб семян масличных культур и кормов с высоким содержанием жира

Сокращение массы твердого жира, сала очень затруднено, так как частицы жира прилипают друг к другу и к оборудованию. Лучшим способом получения анализируемых проб для данных продуктов является ручное (альтернативное) деление. Измельчают и смешивают твердый жир (или сало) в замороженном состоянии, чтобы предотвратить плавление или окисление жиров. При измельчении и смешивании замороженных кормов следует избегать конденсации на пробе атмосферной влаги, которая может изменить результаты.

Схема подготовки проб твердого жира и сала приведена на рисунке 10.

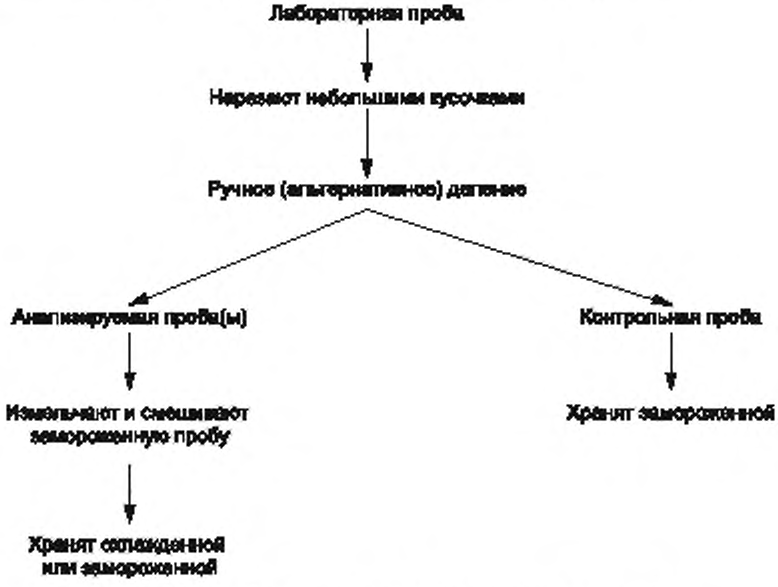


Рисунок 10 — Схема подготовки проб твердого жира и сала

9.8 Корма и кормовая меласса в блоках

Получение точной анализируемой пробы из липкого материала затруднено.

Для микробиологического анализа отделяют анализируемую пробу до замораживания.

Рекомендуется всю лабораторную пробу помещать в морозильную камеру на ночь. С помощью молотка блок разбивают на достаточно малые куски для дальнейшего измельчения в режущей мельнице. Всю лабораторную пробу измельчают на режущей мельнице с ситом с размером ячеек от 4 до 6 мм с использованием большого количества сухого льда. Лабораторную пробу делят с помощью желобкового делителя. Чтобы сохранить лабораторную пробу достаточно холодной для предотвращения слипания, необходимо в процессе измельчения и разделения использовать большое количество сухого льда. Контрольную пробу помещают в полиэтиленовый пакет и хранят в морозильной камере. Анализируемые пробы измельчают, используя мельницу сдвига или блендер с применением сухого льда.

При работе с замороженными пробами следует выполнять весь процесс как можно быстрее, чтобы избежать слипания и конденсации атмосферной влаги на пробе, которые изменяют аналитические результаты.

Подготовку проб корма в больших блоках и минеральных блоков проводят таким же образом, исключая этапы замораживания и использование сухого льда, которые не нужны.

Необходимо правильно проводить деление и измельчение, чтобы измельченные анализируемые пробы были представительными частями полученной лабораторной пробы. Прикрепляемые на контейнеры для проб этикетки должны быть точными.

Схема подготовки проб кормов и кормовой мелассы в блоках приведены на рисунке 11.

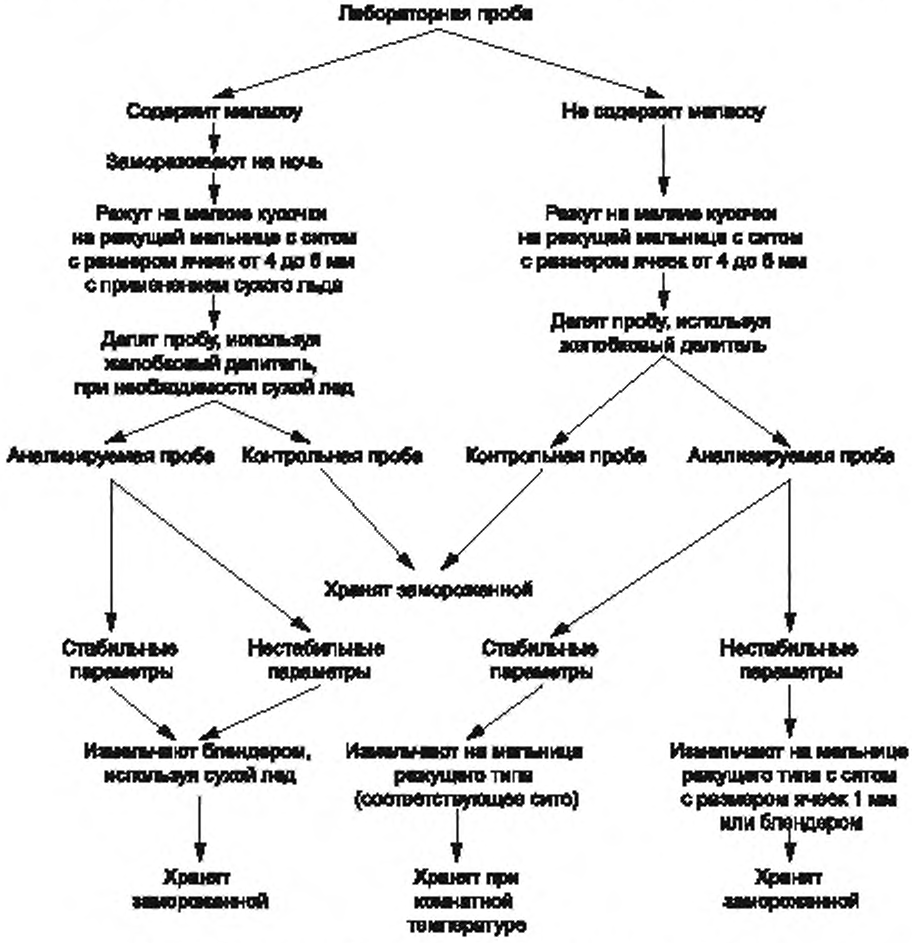


Рисунок 11 — Корма в больших блоках и кормовая меласса в блоках

9.9 Жидкие корма

Компоненты жидкого корма имеют тенденцию к разделению из-за различий в плотности и размере частиц. Поэтому пробу жидкого корма взбалтывают, смешивают или тщательно измельчают блендером перед получением анализируемой пробы. Контейнер должен быть достаточного объема для перемешивания пробы. Деление проводят во время смешивания или сразу же после завершения перемешивания. Для предотвращения порчи все пробы жидкого корма охлаждают. Для некоторых микроорганизмов (например, дрожжей), замораживание пробы для хранения может привести к деградации при размораживании.

Одним из вариантов, уменьшающим распространенные ошибки, является сушка вымораживанием.

Для микробиологических анализов анализируемая проба не должна замораживаться. Анализ должен проводиться немедленно.

Схема подготовки проб жидких кормов приведена на рисунке 12.

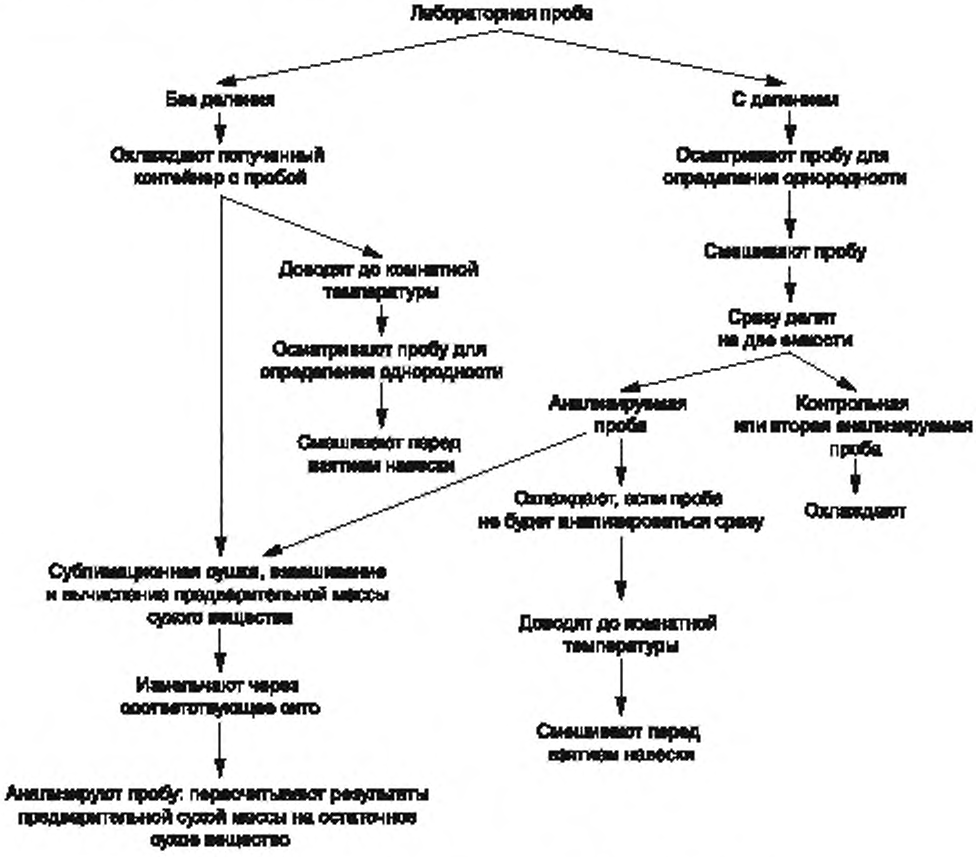


Рисунок 12 — Схема подготовки проб жидких кормов

9.10 Консервированные корма для непродуктивных (домашних) животных

При измельчении и смешивании консервированных кормов для домашних животных необходимо получить однородную массу, включающую всю жидкость, жир, желатин и любые другие компоненты. Пробоподготовку следует проводить быстро, чтобы свести к минимуму потерю влаги за счет испарения. Пробы измельчают блендером. Жир имеет тенденцию прилипать к стенкам чаши, особенно при

длительном времени смешивания, поэтому пробу измельчают по 30 с, с остановками, очищая стенки чаши во время каждого перерыва. Пробы с большим содержанием жира измельчают и смешивают в охлажденном состоянии, чтобы предотвратить отделение жира.

Чтобы избежать загрязнения другими микроорганизмами во время открывания контейнера(ов) для подготовки дальнейших анализируемых проб сначала в стерильных условиях выделяют представительную анализируемую пробу для микробиологического анализа, которую хранят в холодильнике не замораживая.

Схема подготовки проб консервированных кормов для непродуктивных (домашних) животных приведена на рисунке 13.

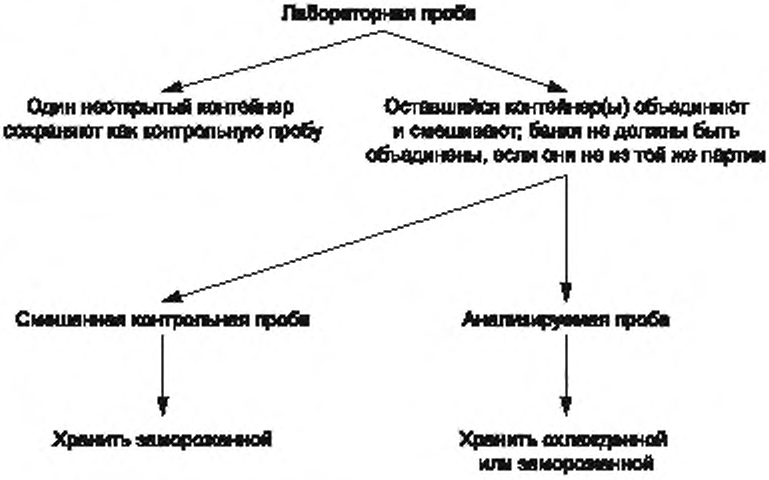


Рисунок 13 — Схема подготовки проб консервированных кормов для непродуктивных (домашних) животных

9.11 Полувлажные корма для непродуктивных (домашних) животных и жевательные корма для собак

Этот жесткий кожистый продукт лучше измельчать в мельнице с острыми ножами, такой как режущая мельница или блендер. Чем суше корм, тем он легче измельчается. Более влажный материал измельчают в замороженном состоянии.

Деление пробы лучше всего проводить с помощью закрытого желобкового делителя или ручным (альтернативным) делением.

Анализируемую пробу более влажных кормов мелко измельчают в замороженном виде блендером, сухие материалы измельчают в режущей мельнице.

От крупно измельченной лабораторной пробы с помощью стерильного ножа отделяют и не замораживают анализируемую пробу для микробиологического анализа.

Схема подготовки полувлажных кормов для непродуктивных (домашних) животных и жевательных кормов для собак представлена на рисунке 14.

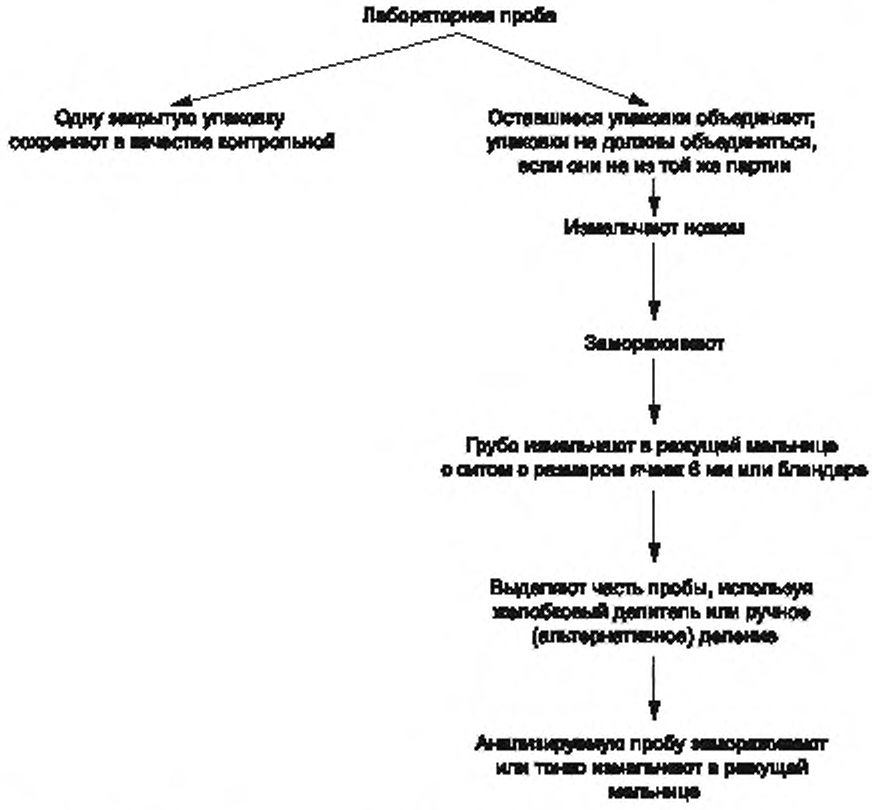


Рисунок 14 — Схема подготовки полувлажных кормов для непродуктивных (домашних) животных и жевательных кормов для собак

9.12 Премиксы

Поскольку различия в плотности и размере частиц могут привести к разделению компонентов премиксов, рекомендуется, чтобы сокращение массы проводилось роторным или желобковым делителями. Массу пробы сокращают, пока масса анализируемой пробы станет достаточной. Сохраняют контрольную пробу.

Премиксы, как правило, состоят из частиц, которые не требуют измельчения. Если измельчение необходимо, размалывают в течение минимального времени, чтобы избежать нагревания. Измельчение, смешивание и взаимодействие компонентов с выделением тепла ускоряют разрушение. Измельчение увеличивает доступ воздуха к пробе, что приводит к ее окислению. Охлаждение или заморозка пробы предотвращает разрушение компонентов.

Для микробиологических анализов (например, пробиотиков) анализируемую пробу не замораживают.

Деление или измельчение пробы корма сразу после премикса способствует ее загрязнению. Чтобы избежать загрязнения, рекомендуется группировать пробы по уровню содержания в них анализируемого вещества. Корма и смеси с низким уровнем анализируемого вещества делят и измельчают в первую очередь. Если имеется риск радиоактивного загрязнения, оборудование тщательно моют.

Схема подготовки проб премиксов приведена на рисунке 15.

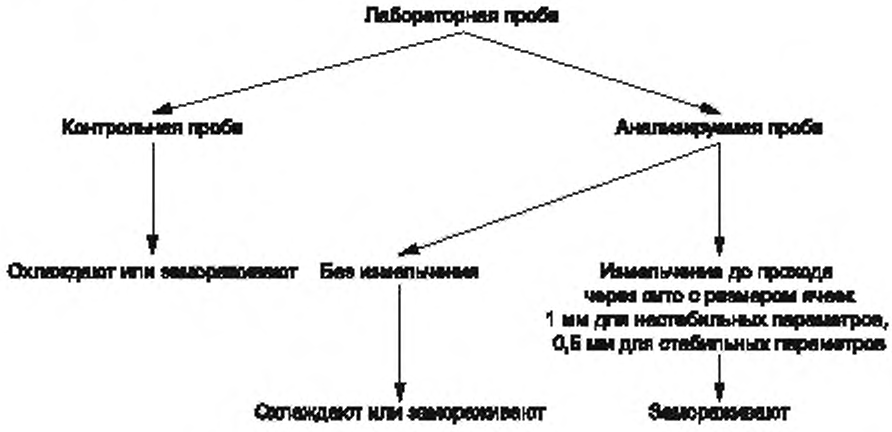


Рисунок 15 — Схема подготовки проб премиксов

9.13 Сено в брикетах и в виде гранул

Получение представительной анализируемой пробы из пакета, содержащего большие гранулы и мелкие частицы (пыль), является сложной задачей. Если в лабораторию поступает 15—20 гранул сена, не допускается случайный отбор нескольких гранул, измельчается вся проба.

Всю лабораторную пробу, в том числе мелкие частицы, измельчают в режущей мельнице с использованием сита с размером ячеек от 4 до 6 мм, что снижает вероятность нагревания и ускоряет процесс измельчения. Весь измельченный материал перемешивают и разделяют пробу на две или более представительные части с помощью желобкового делителя. Контрольную пробу помещают в полиэтиленовый пакет и хранят при комнатной температуре. Если проба содержит термочувствительные или разлагающиеся вещества, ее хранят в морозильной камере. Различные анализируемые пробы мелко измельчают для определения стабильных и нестабильных параметров. Схема подготовки проб сена в брикетах и в виде гранул представлена на рисунке 16.

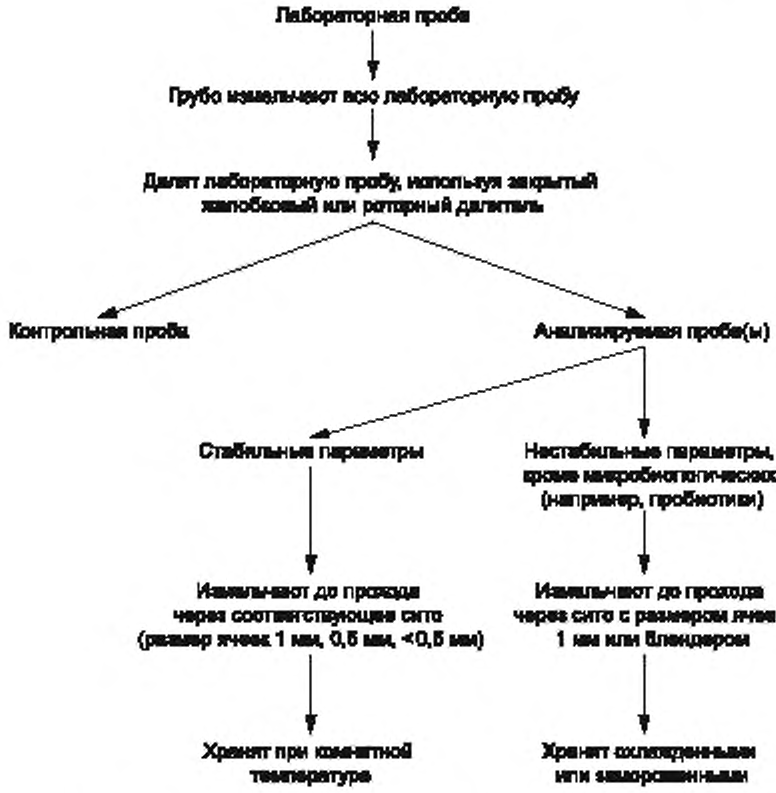


Рисунок 16 — Схема подготовки проб сена в брикетах и в виде гранул

9.14 Текстурированные, липкие корма

Деление и измельчение текстурированных, липких кормов затруднено. Их измельчение в холодном состоянии предотвращает слипание частиц корма друг с другом и уменьшает возможность их прилипания к измельчающему оборудованию.

Для получения представительной анализируемой пробы липкого корма его сначала грубо измельчают до прохода через сито с размером ячеек 6 мм. Для деления кормов, которые являются слишком липкими для желобкового делителя, используют метод ручного (альтернативного) деления.

Анализируемые пробы мелко измельчают для равномерного распределения всех компонентов. Измельчение кормов, слишком липких для обычных мельниц, рекомендуется проводить в замороженном виде блендером.

Анализируемые и контрольные пробы хранят в герметичных контейнерах, чтобы предотвратить изменение содержания влаги. Во время измельчения и смешивания замороженного корма следует избегать конденсации на пробе атмосферной влаги, которая может изменить результаты.

Схема подготовки текстурированных и липких кормов приведена на рисунке 17.

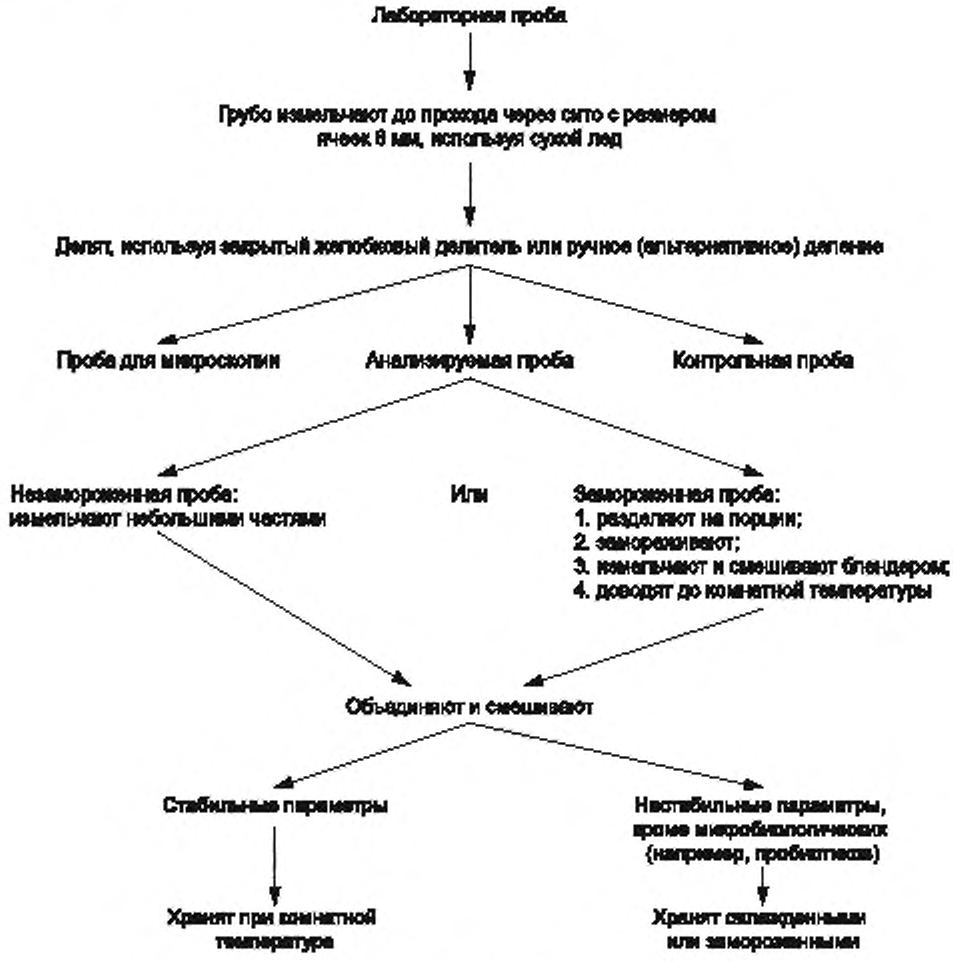


Рисунок 17 — Схема подготовки проб текстурированных и липких кормов

9.15 Корма для животных, обитающих в водной среде

Для определения стабильных параметров, например питательных и минеральных веществ, мелко измельчают одну из анализируемых проб. Анализируемые пробы для определения витаминов и антибиотиков, требующие большое количество пробы для испытания, не измельчают до дня проведения анализа. На это время, чтобы предотвратить изменение качества, пробы охлаждают или замораживают. Измельчение, смешивание и взаимодействие компонентов с выделением тепла ускоряют разрушение. Измельчение увеличивает доступ воздуха к пробе, что приводит к ее окислению.

Анализируемые пробы для микробиологических анализов не измельчают и не замораживают, за исключением трудноразрушаемых гранулированных кормов, которые подвергают грубому измельчению.

Пробы хранят в герметичных контейнерах для предотвращения изменения влажности.

Схема подготовки проб кормов для животных, обитающих в водной среде, приведена на рисунке 18.

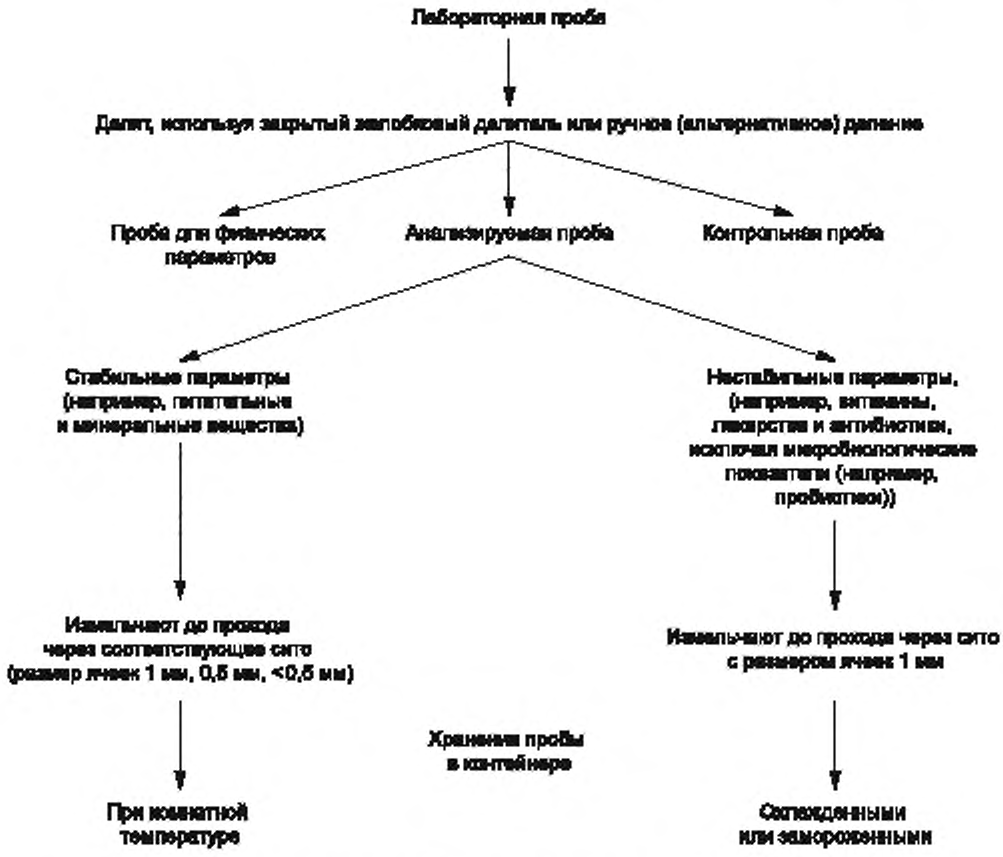


Рисунок 18 — Схема подготовки проб кормов для животных, обитающих в водной среде

Приложение А
(справочное)

Расчеты, примеры и таблицы для выбора минимальной массы анализируемой пробы

Основная ошибка деления (FSE) — это ошибка, которая остается, когда процедура деления избавлена от неисправимых ошибок и неточностей. Это означает, что FSE является минимальной ошибкой деления, которую можно получить на практике, и это присуще только неоднородному продукту. Именно по этой причине, независимо от метода, FSE может быть вычислена из серии измерений как разница между измеренным содержанием вещества, w_S, и фактическим содержанием вещества в лабораторной пробе, w_{LS}, из которой выделялась анализируемая проба, то есть

$$\frac{w_S - w_{LS}}{w_{LS}}.$$

Величина дисперсии основной ошибки деления, σ^2_{FSE}, может быть оценена по формуле Ги [10], [12]

$$\sigma^2_{FSE} = cfg\beta d^3\left(\frac{1}{m_{SS}} - \frac{1}{m_{LS}}\right), \quad (A.1)$$

где c — постоянный параметр, соответствующий плотностям, рассчитанный по формуле А.2, г/см^3;

f — коэффициент формы частиц, описывающий отклонение от идеальной формы куба.

Примечание — Для куба f = 1,00; для сферы f = 0,52; для сферических частиц f = 0,50, а для почти плоского диска f = 0,10;

g — коэффициент распределения частиц по размерам, описывающий диапазон размеров частиц в пробе.

Примечание — Для широкого диапазона размеров частиц g = 0,25; для однородных по размеру частиц g = 1;

β — коэффициент освобождения, определяющий степень освобождения важнейших компонентов из матрицы.

Примечание — Для полностью освобожденных частиц β = 1; для очень маленьких частиц анализируемого вещества, включенных в крупные частицы матрицы, β = 0,03. Коэффициент освобождения может быть приравнен к $\sqrt{L/d}$, где L — это размер частиц анализируемого вещества, «запертых» в частицах основного продукта размером d. Для β = 0,03 с размером частиц матрицы d = 0,01 см соответствует размер частиц анализируемого вещества приблизительно 10 мкм (на молекулярном уровне);

d — максимальный размер частиц, определяемый площадью меш, которая задерживает 5 % продукта, см;

m_{SS} — масса анализируемой пробы, г;

m_{LS} — масса лабораторной пробы, из которой выделяется анализируемая проба, г.

Постоянный параметр, c, г/см^3, вычисляется по формуле

$$c = \frac{(1 - w_{LS})^2}{w_{LS}}\rho_c + (1 - w_{LS})\rho_m, \quad (A.2)$$

где w_{LS} — фактическое содержание частиц анализируемого вещества, находящихся в лабораторной пробе, г/кг;

ρ_c — плотность частиц анализируемого вещества, г/см^3;

ρ_m — плотность частиц основного продукта, г/см^3.

Формула Ги была получена в результате работы с пробами минеральных веществ и бинарных смесей материалов, где частицы анализируемого вещества присутствуют в виде отдельных фрагментов. Поэтому она дает только приблизительные результаты для корма, но дает более точную оценку основной ошибки деления, а также указание на ее зависимость от размера частиц и массы пробы.

Три примера минимальной массы пробы, необходимой для расчета FSE (CV, %) и значений размера частиц приведены ниже. Следует отметить, что использование соответствующих устройств сокращения массы, например желобкового или другого делителя, как правило, приводит к меньшим значениям FSE, чем может быть вычислено по формуле Ги, тогда как деление захватом может привести к более высоким значениям FSE [10], [12].

Пример 1 — К смеси минералов (ρ_m = 1,5 г/см^3) добавляли 0,4 % массовой доли метионина в виде DL-метионин сульфоксида ($\rho_c \approx$ 2 г/см^3). Так как частицы анализируемого вещества полностью освобождены, то β = 1. Из-за широкого диапазона размеров частиц g = 0,25. С = $cfg\beta$ приведен в таблице А.1. Масса лабораторной пробы, m_{LS}, 100 г и минимальное значение массы анализируемой пробы, m_S, в зависимости от допустимого FSE, приведены в таблице А.2.

Пример 2 — К минеральному премиксу (ρ_m = 2 г/см^3) добавляли 10 мг/кг селена в виде Na_2SeO_3 (ρ_c = 3,1 г/см^3). Так как частицы анализируемого вещества полностью освобождены, β = 1. Из-за широкого диапазона размеров частиц g = 0,25. Масса лабораторной пробы, m_{LS}, 100 г и минимальное значение массы анализируемой пробы, m_S, в зависимости от допустимого FSE, приведены в таблице А.3.

Пример 3 — Органическое вещество корма (ρ_m = ρ_c = 0,8 г/см^3) содержит 10 мг/кг меди в качестве естественного компонента. Поскольку частицы анализируемого вещества полностью включены в частицы основного вещества (в лучшем случае), β = 0,03. Из-за широкого диапазона размеров частиц g = 0,25. Масса лабораторной пробы, m_{LS}, 100 г и минимальное значение массы анализируемой пробы, m_S, в зависимости от допустимого FSE, приведены в таблице А.4

Таблица А.1

Величины, используемые для расчета дисперсии	Пример 1	Пример 2	Пример 3
w_{LS}, %	0,4	0,001	0,001
ρ_c, г/см^3	2	3,1	0,8
ρ_m, г/см^3	1,5	1,5	0,8
m_S, г	См. таблицу А.2	См. таблицу А.3	См. таблицу А.4
m_{LS}, г	100	100	100
c	498	309995	79999
f	0,5	0,5	0,5
g	0,25	0,25	0,25
β	1	1	0,03
C	62	38749	300

Минимальную массу анализируемой пробы, m_S, г, вычисляют по формуле

$$m_S = 10 \cdot \frac{\rho d^3}{\hat{C}_V^2}, \qquad (A.3)$$

где 10 — коэффициент пересчета;

ρ — плотность материала, г/см^3;

d — размер самых крупных частиц, см;

$\hat{C}_V$ — допустимая ошибка (основная ошибка деления), при ожидаемом коэффициенте вариации (CV).

Вычисления, выполнённые по уравнению (А.3) и приведенные в таблицах, всего лишь приблизительные, т. к. переменные не были точно измерены. Оценка переменных в большинстве случаев является целесообразной.

Пример 4 — Если максимальный размер частиц составляет 4 мм, а плотность 0,8 г/см^3 и допустимая ошибка 15 % CV, необходимая минимальная масса анализируемой пробы для представления частиц всех размеров при этой ошибке составляет 23 г.

Таблица А.2 — Минимальная масса анализируемой пробы при добавлении метионина к смеси минералов

Размер самых крупных частиц, d, мм	FSE (ожидаемый коэффициент вариации, CV), %				
	20	15	10	5	2
	Минимальная масса пробы, г				
0,1	0,002	0,003	0,01	0,02	0,2
0,2	0,01	0,02	0,05	0,2	1
0,5	0,2	0,3	0,8	3	16
1	2	3	6	20	61

Таблица А.3 — Минимальная масса анализируемой пробы, при добавлении селена к минеральному премиксу

Размер самых крупных частиц, d, мм	FSE (ожидаемый коэффициент вариации, CV), %				
	20	15	10	5	2
	Минимальная масса пробы, г				
0,1	1	2	4	13	49
0,2	7	12	24	55	89
0,5	55	68	83	95	99
1	91	95	97	99	100

Таблица А.4 — Минимальная масса анализируемой пробы, когда медь является естественным компонентом органического вещества корма

Размер самых крупных частиц, d, мм	FSE (ожидаемый коэффициент вариации, CV), %				
	20	15	10	5	2
	Минимальная масса пробы, г				
0,1	0,01	0,01	0,03	0,1	1
0,2	0,1	0,1	0,2	1	6
0,5	1	2	4	13	48
1	7	12	23	55	88

Погрешность определения минимальной массы пробы, $\hat{C}_V^2$, вычисляют по формуле

$$\hat{C}_V^2 = 10 \cdot \frac{\rho d^3}{m_S}, \tag{A.4}$$

где 10 — коэффициент пересчета;
ρ — плотность материала, г/см^3;
d — размер самых крупных частиц, см;
m_S — минимальная масса анализируемой пробы, г.

Наибольший соответствующий размер частиц, d, см, вычисляют по формуле

$$d = \left(\frac{\hat{C}_V^2 m_S}{10\rho} \right)^{1/3}. \tag{A.5}$$

где $\hat{C}_V$ — допустимая ошибка;
m_S — минимальная масса анализируемой пробы, г;
10 — коэффициент пересчета;
ρ — плотность материала, г/см^3.

Пример 5 — Лабораторная проба имеет наибольший размер частиц около 2 мм, плотность около 0,7 г/см^3 и массу 1 кг. Вычисляют минимальную массу анализируемой пробы m_S, г, без измельчения и с допустимой ошибкой в 5 %.

$$m_S = 10 \times \frac{0{,}7 \times 0{,}2^3}{0{,}05^2} = 22.$$

Таким образом, потребуется минимальная масса пробы 22 г.

Если для анализа требуется проба массой 1 г, FSE составляет 24 % без размола

$$\hat{C}_V^2 = 10 \times \frac{0{,}7 \times 0{,}2^3}{1} = 0{,}056,$$

$$\hat{C}_V = 0{,}24.$$

Таким образом, если желаемая ошибка лабораторного деления не должна быть более 5 % CV, проба должна быть измельчена до частиц размером 0,07 см (или менее).

$$d = \left(\frac{0{,}05^2 \times 1}{10 \times 0{,}7} \right)^{1/3} = 0{,}07.$$

Библиография

[1] ISO 664:2008, Oilseeds — Reduction of laboratory sample to test sample

[2] ISO 6497:2002, Animal feeding stuffs — Sampling

[3] Commission Regulation (EC) No. 152/2009 of 27 January 2009 laying down the methods of sampling and analysis for the official control of feed. Off. J. Eur. Union 2009-02-26, L54, pp. 1—130

[4] Regulation (EC) No. 178/2002 of the European Parliament and of the Council of 28 January 2002 laying down the general principles and requirements of food law, establishing the European Food Safety Authority and laying down procedures in matters of food safety. Off. J. Eur. Union 2002-02-01, L31, pp. 1—24

[5] Regulation (EC) No. 767/2009 of the European Parliament and of the Council of 13 July 2009 on the placing on the market and use of feed. Off. J. Eur. Union 2009-09-01, L229, pp. 1—28

[6] Regulation (EC) No. 1831/2003 of the European Parliament and of the Council of 22 September 2003 on additives for use in animal nutrition. Off. J. Eur. Union 2003-10-18, L268, pp. 29—43

[7] AAFCO Laboratory Methods and Service Comm ittee. Guidelines for preparing laboratory samples, 2nd edition. Association of American Feed Control Officials Incorporated, 2003

[8] Standards Comm ission for Straight Feeding Stuff s. Positive list for straight feeding stuffs, 9th edition. Berlin: Central Committee of German Agriculture, 2010, 49 p. Available (viewed 2012-01-03) at:

[9] VDLUFA. Chapter 2, Behandlung der Versandmuster und Herstellung der Analysenprobe [Handling of laboratory samples and preparation of test portions]. In: Methodenbuch [Analytical methods manual], Vol. 3, Die chemische Untersuchung von Futtermitteln [The chemical investigation of animal feeds]. Speyer: Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten

[10] Minkkinen, P. Practical applications of sampling theory. Chemometr. Intell. Lab. Syst. 2004, 74, pp. 85—94

[11] Petersen, L ., Dahl, C .K., Esbensen, K.H. Representative mass reduction in sampling — A critical survey of techniques and hardware. Chemometr. Intell. Lab. Syst. 2004, 74, pp. 95—114

[12] Petersen, L ., Minkkinen, P., Esbensen, K.H. Representative sampling for reliable data analysis. *Chemometr. Intell. Lab. Syst.* 2005, 77, pp. 261—277

[13] Allen, T., Kahn, A.A. Critical evaluation of powder sampling procedures. *Chem. Eng. (London)* 1970, 238, pp. CE108—CE112

УДК 663/664.777:006.354 МКС 65.120

Ключевые слова: партия, лабораторная проба, анализируемая проба, навеска, контрольная проба, стабильные и нестабильные параметры, корма, сухие, грубые, жидкие, липкие, консервированные, семена масличных культур, твердый жир, премикс, подготовка проб, смешивание, измельчение, сушка, сокращение массы

Редактор переиздания *Е.И. Мосур*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 27.04.2020. Подписано в печать 26.06.2020. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 5,58. Уч.-изд. л. 5,02.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru